

Fuente :Diario Oficial de la Federación

Fecha de Publicación: 07 de Febrero de 1995

Fecha de cancelación: 22 de Octubre de 2004

NOM-038-SSA1-1993

**NORMA OFICIAL MEXICANA, BIENES Y SERVICIOS. COLORANTES ORGANICOS SINTETICOS.
ESPECIFICACIONES SANITARIAS GENERALES.**

JOSE MELJEM MOCTEZUMA, Director General de Control Sanitario de Bienes y Servicios, por acuerdo del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, con fundamento en los artículos 39 de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 38 fracción II, 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 80. fracción IV y 13 fracción I del Reglamento Interior de la Secretaría de Salud, y

CONSIDERANDO

Que con fecha 18 de noviembre de 1993, en cumplimiento de lo previsto en el artículo 46 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, la Dirección General de Control Sanitario de Bienes y Servicios presentó al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, el anteproyecto de la presente Norma Oficial Mexicana.

Que con fecha 11 de marzo de 1994, en cumplimiento del acuerdo del Comité y de lo previsto en el artículo 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, se publicó en el Diario Oficial de la Federación el proyecto de la presente Norma Oficial Mexicana, a efecto que dentro de los siguientes noventa días naturales posteriores a dicha publicación, los interesados presentaran sus comentarios al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario.

Que en fecha previa fueron publicadas en el Diario Oficial de la Federación las respuestas a los comentarios recibidos por el mencionado Comité, en términos del artículo 47 fracción III de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización.

Que en atención a las anteriores consideraciones, contando con la aprobación del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, se expide la siguiente:

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-038-SSA1-1993, BIENES Y SERVICIOS. COLORANTES ORGANICOS SINTETICOS. ESPECIFICACIONES SANITARIAS GENERALES.

PREFACIO

En la elaboración de la presente Norma participaron los siguientes organismos e instituciones:

SECRETARIA DE SALUD

Laboratorio Nacional de Salud Pública

Dirección General de Control Sanitario de Bienes y Servicios

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

Facultad de Química

CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE LA TRANSFORMACION

DECTAN, S.A.

H. KONSTHAMM, S.A.

PYOSA, S.A. DE C.V

SPECTRUM, S.A.

WARNER JENKINSON, S.A. DE C.V.

INDICE

- 0. INTRODUCCION
- 1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION
- 2. REFERENCIAS
- 3. DEFINICIONES
- 4. SIMBOLOS Y ABREVIATURAS
- 5. CLASIFICACION
- 6. DISPOSICIONES SANITARIAS

- 7. ESPECIFICACIONES SANITARIAS
- 8. MUESTREO
- 9. METODOS DE PRUEBA
- 10. ETIQUETADO
- 11. ENVASE Y EMPAQUE
- 12. CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES
- 13. BIBLIOGRAFIA
- 14. OBSERVANCIA DE LA NORMA
- 15. VIGENCIA
- 16. APENDICE NORMATIVO

Apéndice A

0. Introducción

Las disposiciones de la presente Norma Oficial Mexicana son de orden público e interés social, y establece las definiciones, especificaciones de identidad y pureza de los colorantes orgánicos sintéticos para su aplicación en los alimentos y productos de perfumería y belleza, las que sólo se satisfacen cuando en su elaboración se utilicen materias primas de calidad sanitaria, se apliquen buenas prácticas de fabricación, se realicen en locales e instalaciones bajo condiciones higiénicas que aseguren que son aptos para consumo humano, de acuerdo con lo establecido por la Ley General de Salud, su Reglamento y demás disposiciones aplicables de la Secretaría de Salud.

1. Objetivo y campo de aplicación

1.1 Esta Norma Oficial Mexicana establece las especificaciones sanitarias generales de los colorantes orgánicos sintéticos.

1.2 Esta Norma Oficial Mexicana es de observancia obligatoria en el territorio nacional para las personas físicas o morales que se dedican a su proceso o importación.

2. Referencias

Esta Norma se complementa con lo siguiente:

NOM-120-SSA1-1994 Prácticas de higiene y sanidad para bienes y servicios *

3. Definiciones

Para fines de esta Norma se entiende por:

3.1 Aditivos para alimentos, aquellas sustancias que se adicionan directamente a los alimentos y bebidas, durante su elaboración, para proporcionar o intensificar aroma, color o sabor; para mejorar su estabilidad o para su conservación.

* Proyecto en proceso de expedición como Norma Oficial Mexicana.

3.2 Buenas prácticas de fabricación, conjunto de normas y actividades relacionadas entre sí, destinadas a garantizar que los productos tengan y mantengan las especificaciones requeridas para su uso.

3.3 Colorante, aquel que imparte color a otro material o mezcla, elaborado por un proceso de síntesis o similar; por extracción o por separación, obtenido de una fuente animal, vegetal o mineral y que posteriormente se ha sometido a pruebas fehacientes de seguridad que lo liberan para su uso en alimentos y en productos de perfumería y belleza o en alguna parte de ellos y que directamente o a través de su reacción con otras sustancias es capaz de impartir el color que le caracteriza.

3.4 Colorante orgánico sintético, compuesto derivado del carbono, obtenido por síntesis química y que se emplea como aditivo de color en alimentos, productos de perfumería y belleza.

3.5 Colorante puro, cantidad de sustancia que imparte color, contenida en un colorante, excluyendo cualquier componente intermedio, diluyente o sustrato.

3.6 Etiqueta, todo rótulo, marbete, inscripción, imagen u otra forma descriptiva o gráfica, ya sea que esté impreso, marcado, grabado, en relieve, hueco, estarcido o adherido al empaque o envase del producto.

3.7 Laca, producto elaborado por combinación, suspensión, precipitación y extensión de un colorante en sustrato fijo de alúmina blanco brillante, arcilla, dióxido de titanio, óxido de zinc, talco, resina, benzoato de aluminio, carbonato de calcio o cualquier combinación de dos o más de estos ingredientes. En todos los casos, el nombre de la laca debe incluir las siglas del grupo de colorantes que incluyen el nombre del compuesto soluble o insoluble y del metal.

3.8 Límite máximo, concentración permitida de aditivos, microorganismos, parásitos, materia extraña, plaguicidas, biotoxinas, residuos de medicamentos, metales pesados y metaloides en un alimento, bebida o materia prima.

3.9 Metal pesado, aquel de peso atómico mayor que el del sodio (22,9), que forma jabones al reaccionar con ácidos grasos. Ejemplos: aluminio, plomo y cobalto.

3.10 Metaloide, cualquiera de una serie de elementos cuya estructura electrónica, características de enlace y consiguientes propiedades físicas y químicas, difieren marcadamente de las de los metales, especialmente en relación con la electronegatividad y conductividad térmica y eléctrica. Ejemplos: arsénico, selenio, germanio, sílice, etc.

3.11 Métodos de prueba, procedimientos analíticos utilizados en el laboratorio para comprobar que un producto satisface las especificaciones que establece la Norma.

3.12 Mezcla, colorante obtenido de la combinación de uno o más colorantes o pigmentos con o sin vehículos.

3.13 Pigmento, producto insoluble en disolventes polares y no polares. Imparte color a una sustancia o mezcla de sustancias por dispersión.

3.14 Proceso, conjunto de actividades relativas a la obtención, elaboración, fabricación, preparación, conservación, mezclado, acondicionamiento, envasado, manipulación, transporte, distribución, almacenamiento y expendio o suministro al público de productos.

4. Símbolos y abreviaturas

Cuando en esta Norma se haga referencia a los siguientes símbolos y abreviaturas se entiende por:

ml	mililitros
mg	miligramos
°C	grados Celsius
K	grados Kelvin
g	gramos
%	por ciento
N	normal
mm	milímetros
cm	centímetros
nm	nanómetros
m/v	masa por volumen
mg/l	miligramos por litro
µg/ml	microgramos por mililitro
v/v	volumen por volumen
mg/ml	miligramos por mililitro
µl	microlitros
µg	microgramos
µg/kg	microgramos por kilogramo
mg/kg	miligramo por kilogramo
*	signo de multiplicación
CI	Color Index
meq	miliequivalente

Cuando en la presente Norma se mencione al Reglamento, debe entenderse que se trata del Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios.

5. Clasificación

Los productos objeto de esta Norma se clasifican por el grupo químico al que pertenecen en:

- Nitroso
- Nitro
- Azoico/Carotenoide
- Estilbeno
- Difenilmetano

Triaril Metano
Xanteno
Acridina
Quinolina
Metina
Tiazol
Indamina
Indofenol
Azina
Oxazina
Tiazina
Azufre
Lactona
Aminocetona
Hidroxicetona
Antraquinona
Indigoide
Ftalocianina

6. Disposiciones sanitarias

Los productos objeto de esta Norma, además de cumplir con lo establecido en el Reglamento, deben ajustarse a las siguientes disposiciones:

6.1 Cada lote de producción debe estar respaldado por un certificado de análisis del productor y hoja de identidad con las especificaciones establecidas en esta Norma. Esta información estará a disposición del consumidor que la solicite.

En la hoja de identidad de cada colorante debe reportarse lo siguiente:

6.1.1 Colorantes Primarios:

Nombre químico (el que corresponda)
Nombre común (el más usual)
Fórmula condensada
Fórmula desarrollada
Grupo químico al que corresponde
Número de Código CI

6.1.2 Mezclas:

Nombre común
Concentración total de colorante
Concentración de colorante puro no menos de
Excipiente, en su caso

6.1.3 En ambas identidades, anexas el espectro de absorción en la región visible en medio neutro, conforme al estándar del Laboratorio Nacional de Salud Pública. Como alternativa, en casos de comprobación se deben utilizar los métodos de cromatografía en capa fina y en papel Whatman No.1.

6.2 Los colorantes orgánicos sintéticos debidamente envasados se almacenarán en locales frescos, secos y protegidos de la luz solar.

7. Especificaciones sanitarias

Los productos objeto de este ordenamiento deben cumplir con las siguientes especificaciones:

7.1 De Pureza.

Pérdida por secado a 135°C	
por 1 h, incluyendo cloruros y sulfatos;	15,0% máximo
Materia insoluble en agua;	0,5% máximo

Extracto etéreo;	0,5% máximo
Colorantes subsidiarios;	6,0% máximo
Intermediarios no combinados;	1,5% máximo
Plomo (Pb);	10 mg/kg máximo
	** 20 mg/kg máximo
Arsénico (As);	3 mg/kg máximo
* Mercurio (Hg);	1 mg/kg máximo
* Cromo (Cr);	50 mg/kg máximo
Colorante puro;	85% mínimo
* en los colorantes que se requiera	
** en los colorantes que se utilicen en productos de perfumería y belleza	

7.2 Microbiológicas.

Los colorantes objeto de esta Norma deben estar exentos de microorganismos patógenos.

8. Muestreo

El procedimiento de muestreo para los productos objeto de esta Norma debe sujetarse a lo que establece la Ley General de Salud. Las muestras deben ser en la cantidad suficiente para el desarrollo de las pruebas mencionadas en las especificaciones, un mínimo de 20 g cada una y mantenerse a una temperatura no mayor de 20°C y una humedad relativa no mayor de 60%.

9. Métodos de prueba

9.1 Ensayo de Identificación.

9.1.1 Cromatografía en placa fina o papel filtro.

El desarrollo cromatográfico debe hacerse en placa fina de sílica gel HF-154 o equivalente, o en papel filtro Whatman No. 1, utilizando las siguientes fases móviles:

Butanol: ácido acético: agua

(40 ml: 10 ml: 50 ml)

Isopropanol: agua: cloruro de sodio: hidróxido de amonio

(50 ml: 50 ml: 1 g: 5 ml)

Citrato de sodio: hidróxido de amonio: agua

(2 g: 5 ml: 100 ml)

Utilizar un estándar de referencia para identificar el colorante principal y los subsidiarios, reportando los resultados en valores relativos al estándar.

9.1.2 Análisis por espectro de absorción visible.

Determinar el espectro de absorción en la región visible en solución acuosa en concentración de 10 mg/kg.

Utilizar un estándar de referencia para identificar el colorante y reportar el resultado correspondiente.

9.2 Para la verificación de las especificaciones que se establecen en esta Norma, se deben aplicar los métodos de prueba señalados en el apéndice normativo A.

10. Etiquetado

La etiqueta de los productos objeto de esta Norma, además de cumplir con lo establecido en el Reglamento, debe sujetarse a lo siguiente:

Debe figurar:

Grupo químico

Número de código CI

11. Envase y empaque

11.1 Envase.

Los productos objeto de esta Norma se deben envasar en recipientes de tipo sanitario, elaborados con materiales inocuos y resistentes a distintas etapas del proceso, de tal manera que no reaccionen con el producto y/o alteren sus características físicas, químicas y organolépticas.

11.2 Empaque.

Se deben usar envolturas de material resistente que ofrezcan la protección adecuada a los envases para impedir su deterioro exterior, a la vez que faciliten su manipulación, almacenamiento y distribución.

12. Concordancia con normas internacionales

Esta Norma no tiene concordancia con normas internacionales.

13. Bibliografía

- 13.1 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1992. Ley Federal sobre Metrología y Normalización. México, D.F.
- 13.2 Secretaría de Salud. 1984. Ley General de Salud. México, D.F.
- 13.3 Secretaría de Salud. 1988. Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios. México, D.F.
- 13.4 Food and Drug Administration. 1990. Code of Federal Regulations. Título 21 CFR Ch 1(4-1-90) partes 70-71-73-74-80-81 y 82. Washington, D.C. USA.
- 13.5 Association of Analytical Chemist. 1990. Official Methods of Analysis. 15 th. Edition. Virginia, USA.
- 13.6 Daniel Marmion. 1991. Handbook of U.S. Colorants. Third Edition. John Wiley & Sons, Inc. New York. USA.
- 13.7 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1994. Norma Oficial Mexicana NOM-008-SCF1-1994 Sistema General de Unidades de Medida. México, D.F.
- 13.8 The Cosmetic Toiletry and Fragrance Association, Inc. 1982. CTFA Cosmetic Ingredient Dictionary. Third Edition. Washington, D.C. USA.
- 13.9 The Cosmetic Toiletry and Fragrance Association, Inc. 1992. CTFA International Color Handbook. Second Edition. Washington, D.C. USA.

14. Observancia de la Norma

La vigilancia en el cumplimiento de la presente Norma corresponde a la Secretaría de Salud.

15. Vigencia

La presente Norma Oficial Mexicana entrará en vigor con su carácter obligatorio a los treinta días siguientes a partir de su publicación en el Diario Oficial de la Federación.

Sufragio Efectivo. No Reelección.

México, D.F., a 29 de noviembre de 1994.- El Director General de Control Sanitario de Bienes y Servicios, José Meljem Moctezuma.- Rúbrica.

Apéndice Normativo A

A. METODOS DE PRUEBA

1. Determinación de material volátil a 135°C

1.1 Material.

Desecador

Vaso de precipitados de 50 ml termorresistente o crisol de porcelana.

1.2 Aparatos e instrumentos.

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

Horno con termostato ajustado a 135°C (408 K)

1.3 Procedimiento.

Colocar 2 g ± 1 mg de la muestra en el recipiente previamente llevado a masa constante. Secar en el horno a una temperatura de 135°C ± 2 (408 K) de una a dos horas, retirar el recipiente del horno; colocar en un desecador y dejar enfriar a temperatura ambiente; determinar nuevamente la masa hasta que sea constante. Referir la pérdida de masa volátil.

1.4 Expresión de resultados.

Cálculos

$$\% \text{ Material Volátil} = \frac{A - B}{C} * 100$$

Donde:

A = Masa del recipiente + masa de la muestra

B = Masa del recipiente + masa de la muestra seca

C = Masa de la muestra

Repetibilidad

La diferencia entre 3 resultados obtenidos en un laboratorio en forma simultánea bajo las mismas condiciones y por el mismo analista, no debe exceder del 5% del valor medio.

2. Determinación de cloruro de sodio y sulfato de sodio

2.1 Materiales y reactivos.

2.1.1 Materiales.

Matraz Erlenmeyer de 300 ml

Matraz Erlenmeyer de 250 ml con boca y tapón esmerilado

Matraz volumétrico de 200 ml

Pipetas graduadas de 1 y 5 ml

Bureta graduada de 50 ml

Embudo de filtración de 8 cm de diámetro

Vaso de precipitados de 400 ml

Embudo shot

Probetas graduadas de 100 y 200 ml

Desecador

2.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico; cuando se indique agua debe entenderse agua destilada.

Solución valorada de nitrato de plata (AgNO_3). 1 ml = 0,005 g de cloruro de sodio (NaCl). Estandarizar por método gravimétrico.

Solución valorada de tiocianato de amonio (NH_4SCN). Estandarizar por titulación contra la solución de AgNO_3 .

Indicador de alumbre-férrico. A una solución acuosa saturada de alumbre-férrico [$\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2$], agregar ácido nítrico (HNO_3) hasta eliminar el color rojo.

Carbón activado libre de cloruros y sulfatos.

Solución valorada de cloruro de bario dihidratado ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). 1 ml = 0,0025 g de sulfato de sodio (Na_2SO_4). Estandarizar por método gravimétrico.

Cloruro de bario dihidratado ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) al 1%.

Solución valorada de ácido clorhídrico (HCl) 0,1N.

Solución de ácido nítrico (HNO_3) 6N.

Solución alcohólica de fenoftaleína. Preparar al 0,5% en alcohol al 50%.

Papel filtro.

Nitrobenceno.

2.2 Aparatos e instrumentos.

Parrilla eléctrica con regulador de temperatura

Balanza granataria

Mufla con pirómetro automático

Horno de desecación con termostato ajustado a 100-110°C (373-383 K)

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

2.3 Determinación de cloruros.

2.3.1 Preparación de la muestra para colorantes ácidos.

Disolver 2 g de la muestra en aproximadamente 100 ml de agua, agregar 10 g de carbón activado y hervir suavemente de 2-3 minutos.

Enfriar a temperatura ambiente, agregar 1 ml de HNO_3 6 N y agitar vigorosamente.

Transferir la mezcla a un matraz volumétrico de 200 ml, llevar a la marca con agua, mezclar perfectamente y filtrar a través de papel filtro seco. Si el filtrado es incoloro, procedera determinar los cloruros y sulfatos. Si la solución presenta color, agregar 2 gramos de carbón y agitar. Verificar que el color ha sido absorbido completamente al introducir la esquina de una tira de papel filtro. Observar si la tira no está coloreada, si presenta color, continuar agregando porciones de 2 g de carbón hasta que la prueba sea negativa.

2.3.2 Determinación de cloruros en colorantes ácidos.

Poner una alícuota de 50 ml del filtrado en un matraz de 250 ml con boca y tapón esmerilado, agregar 2 ml de HNO₃ 6N, 10 ml de AgNO₃ (será necesario mayor cantidad si los cloruros son muy altos) y aproximadamente 5 ml de nitrobenzono. Agitar vigorosamente hasta que el cloruro de plata (AgCl) coagule, agregar 1 ml de indicador dealumbre-férrico y titular el exceso de AgNO₃ con solución de NH₄SCN. Elegir como punto final, el primer color definido que persista después de agitar 1 minuto.

2.3.3 Expresión de resultados.

Cloruros en colorantes ácidos

$$\% \text{ de NaCl} = A * B * 195$$

2.3.4 Preparación de la muestra para colorantes básicos.

Disolver 2 g de la muestra con 200 ml de agua exactamente medidos. Agregar 10 gramos de carbón activado, agitar durante 1 minuto y verificar que el color ha sido absorbido totalmente al introducir la esquina de una tira de papel filtro. Observar si la tira no presenta color; en caso de que esté coloreada, agregar porciones de 2 g de carbón hasta que la tira no presente color. Filtrar a través del papel filtro seco. En el filtrado incoloro, determinar los cloruros y sulfatos.

2.3.5 Determinación de cloruro en colorantes básicos.

Evaporar hasta sequedad 50 ml del filtrado y calentar para eliminar cualquier resto de cloruro de amonio (NH₄Cl). Transferir el residuo a un matraz de 250 ml con tapón de vidrio con aproximadamente 50 ml de agua, agregar 2 ml de HNO₃ aproximadamente 6 N, 10 ml de AgNO₃ (será necesario mayor cantidad si los cloruros son más altos) y aproximadamente 5 ml de nitrobenzono.

Agitar vigorosamente hasta que el cloruro de plata (AgCl) coagule. Agregar 1 ml del indicador de alumbre-férrico y titular el exceso de AgNO₃ con solución de NH₄SCN. Tomar como punto final el primer color definido que persista después de agitar durante 1 minuto.

2.3.6 Expresión de resultados.

Cloruro en colorantes básicos

$$\% \text{ de NaCl} = A * B * 200$$

2.3.7 Determinación de sulfatos en colorantes ácido/básicos.

A 100 ml del filtrado, agregar 2 ml de HCl 1N, calentar a ebullición 5 minutos y agregar gota a gota 10 ml de solución al 1% de BaCl₂, conservando el volumen inicial constante, agregar agua caliente si es necesario. Tapar con un vidrio de reloj y dejar reposar la mezcla hasta que el líquido sobrenadante sea claro.

Filtrar en un embudo Shot a masa constante y lavar el precipitado con agua caliente hasta eliminar los cloruros. Secar y calcinar hasta masa constante.

2.3.8 Expresión de resultados.

Sulfatos en colorantes ácidos/básicos

$$\% \text{ de Na}_2\text{SO}_4 = \text{Masa del precipitado} * 100 * 0,6086$$

Donde:

A = ml de AgNO₃ netos utilizados en la determinación

B = meq NaCl (0,00585)

195 = Volumen total en la determinación de cloruros en colorantes ácidos

200 = Volumen total en la determinación de cloruros en colorantes básicos

0,6086 = Factor de conversión sulfato de bario (BaSO₄) a sulfato de sodio (Na₂SO₄)

3. Determinación de compuestos insolubles en agua

3.1 Materiales y reactivos.

3.1.1 Materiales.

Embudo Shot

Matraz Erlenmeyer de 50 ml

3.1.2 Reactivos.

El reactivo que a continuación se menciona debe ser grado analítico; cuando se indica agua debe entenderse agua destilada.

Acido clorhídrico (HCl) (1:3)

3.2 Aparatos e instrumentos.

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

Horno de desecación con termostato ajustado a 135°C (408 K)

Bomba de vacío o trampa de agua

Mufla con pirómetro automático

3.3 Procedimiento.

En un vaso de precipitado de 400 ml, disolver 2 g de la muestra en 200 ml de agua caliente y agitar, permitir que enfríe a la temperatura ambiente.

Filtrar a través del embudo Shot vacío y lavar con agua fría hasta que los lavados sean incoloros.

Secar 3 horas a 135°C (408 K), permitir que enfríe en un desecador y llevar a masa constante. Referir el incremento de masa como material insoluble.

3.4 Expresión de resultados.

La materia insoluble en agua, se calcula con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de materia insoluble en agua} = \frac{P_2 - P_1}{C} * 100$$

Donde:

P₁ = Masa del embudo Shot vacío

P₂ = Masa de embudo Shot con residuo

C = Masa de la muestra

4. Determinación de material soluble en éter

4.1 Materiales y reactivos.

4.1.1 Materiales.

Embudo de separación de 500 ml

Vaso de precipitado de 300 ml

Cápsula de vidrio de 200 ml

4.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico; cuando se indique agua debe entenderse agua destilada.

Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0,1 N

Solución acuosa de ácido clorhídrico (HCl) (1:1)

Solución acuosa de ácido clorhídrico (HCl) (1:199)

Solución acuosa de hidróxido de sodio (NaOH) al 10%

Eter isopropílico. Lavar un litro de éter isopropílico con 2 porciones de 100 ml de NaOH aproximadamente 0,5 N y después con 3 porciones de 100 ml de agua.

4.2 Aparatos e instrumentos.

Horno de convección mecánica con amplitud de temperatura de 30-240°C y uniformidad de ± 2 (273-513 K)

Parrilla eléctrica

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

Baño de agua de temperatura controlada

4.3 Procedimiento.

4.3.1 Determinación de extracto etéreo neutro.

Precaución: Todo el procedimiento debe llevarse a cabo dentro de una campana de extracción y en ausencia de flama abierta, debido a la inflamabilidad de los vapores de éter.

En un embudo de separación de 500 ml, colocar una solución acuosa que contenga 10 g de colorante, diluyendo hasta 200 ml, extraer con 2 porciones de 100 ml de éterisopropílico, agitar durante 1 minuto en cada extracción, decantar los extractos etéreos a otro embudo de separación. Lavar el primer embudo de separación con 10 ml de éter y decantar el lavado en el segundo embudo de separación.

Conservar la solución acuosa del colorante presente en el primer embudo, para determinar el extracto etéreo alcalino.

Lavar los extractos combinados del segundo embudo con porciones de 20 ml de agua hasta que los lavados sean incoloros, decantar el extracto etéreo a un vaso de precipitado; lavar el embudo de separación con 10 ml de éter isopropílico y decantar en el mismo vaso. Colocar el vaso en un baño de agua y dejar evaporar hasta reducir el volumen a 50 ml, transferir a una cápsula de vidrio de 200 ml, previamente sometida a masa constante.

Lavar el vaso con 10 ml de éter isopropílico y descargar en la cápsula (no llenar la cápsula, mantener el nivel a 1/3 del borde y evitar que el éter alcance su punto de ebullición).

Evaporar el extracto etéreo en baño de agua y desecar en el horno a 85°C (358 K) a masa constante; permitir que se enfríe en un desecador, llevar a masa constante. El incremento en la masa de la cápsula, corresponde al extracto etéreo neutro.

4.3.2 Expresión de resultados.

Extracto etéreo neutro

$$\% \text{ de extracto etéreo neutro} = \frac{P_1 - P_0}{M} * 100$$

4.3.3 Determinación del extracto etéreo alcalino.

A la solución acuosa, que se conservó del procedimiento anterior, agregar 2 ml de la solución de NaOH al 10%, transferir en un embudo de separación de 500 ml y extraer con 2 porciones de 100 ml de éter isopropílico, agitando durante 1 minuto en cada extracción. Decantar el éter a otro embudo de separación y lavar el primer embudo de separación con 10 ml de éter, decantándolo dentro del segundo embudo de separación.

Conservar la solución acuosa coloreada para determinar el extracto etéreo ácido.

Lavar los extractos etéreos combinados con porciones de 20 ml de NaOH 0,1N, hasta que los lavados sean incoloros; decantar el éter a un vaso de precipitados, lavar el embudo de separación con 10 ml de éter isopropílico y decantar sobre el mismo vaso, colocarlo sobre un baño de agua y dejar evaporar hasta tener 50 ml, transferir a una cápsula de vidrio de 200 ml, previamente puesta a masa constante. Lavar el vaso con 10 ml de éter isopropílico y pasarlo a la cápsula.

Evaporar el éter sobrante en baño de agua y secar en el horno a 85°C (358 K), permitir que se enfríe en un desecador y llevar a masa constante. El incremento en la masa de la cápsula corresponde al extracto etéreo alcalino.

4.3.4 Expresión de resultados.

$$\% \text{ de extracto etéreo alcalino} = \frac{P_1 - P_0}{M} * 100$$

4.3.5 Extracto etéreo ácido.

A la solución coloreada conservada en extracción alcalina, agregar 3 ml de HCl (1:1), transferir a un embudo de separación de 500 ml y extraer con 2 porciones de 100 ml de éterisopropílico, agitando un minuto durante cada extracción.

Decantar el éter a otro embudo de separación y lavar el primer embudo con 10 ml de éter, decantándolo dentro del segundo embudo de separación; lavar los extractos combinados con porciones de HCl (1:199) hasta que los lavados sean incoloros, decantar el éter en un vaso de precipitado, lavar el embudo de separación con 10 ml de éterisopropílico y decantar sobre el mismo vaso; colocar el vaso en un baño de agua y dejar evaporar hasta reducir el volumen a 50 ml; pasar a una cápsula de vidrio de 200 ml, previamente puesta a masa constante. Lavar el vaso con 10 ml de éter isopropílico y pasarlo a la cápsula.

Evaporar el éter remanente en baño de agua y secar en el horno a 85°C (358 K) hasta masa constante, dejando enfriar en un desecador antes de pesar. El incremento en el peso de la cápsula corresponde al extracto etéreo ácido.

4.3.6 Expresión de resultados.

$$\% \text{ de extracto etéreo ácido} = \frac{P_1 - P_0}{M} * 100$$

Donde:

P₁ = Masa de la cápsula con residuo

P₀ = Masa de la cápsula vacía

M = Cantidad en gramos de muestra

4.3.7 Repetibilidad.

La diferencia entre 3 resultados obtenidos en un laboratorio en forma simultánea bajo las mismas condiciones y por el mismo analista, no debe de exceder del 5% del valor medio.

5. Determinación de colorantes subsidiarios

5.1 Materiales y reactivos.

5.1.1 Materiales.

Matraces volumétricos de 10 y 100 ml

Papel Whatman No. 1 para cromatografía

Jeringa de 100 µl

5.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico; cuando se indique agua debe entenderse agua destilada.

Metil-etil-cetona

Hidróxido de amonio (NH₄OH)

Acetona

Acetonitrilo

Alcohol isoamílico 1,4-dioxano

Acetato de etilo

Soluciones de desarrollo: preparar una mezcla de metil-etil-cetona: acetona: NH₄OH: agua, en porciones de 700:300:2:300 o de 1,4-dioxano: acetato de etilo: acetonitrilo: alcohol isoamílico: NH₄OH: agua, en porciones de 20: 20: 20: 20: 10: 20.

5.2 Aparatos e instrumentos.

Cámara de cromatografía ascendente para hoja de 20 x 20 cm

Espectrofotómetro con graficador integrado para leer en la región visible

5.3 Procedimiento.

Disolver 1,000 g de muestra en un matraz volumétrico de 100 ml y aforar con agua.

A 2,5 cm del borde inferior del papel, con una jeringa cuantitativa, aplicar una banda de 18 cm de largo y 7 mm de ancho con 0,10 ml de la solución del colorante.

Dejar secar el cromatograma a temperatura ambiente durante 1-2 horas o 50°C (323 K) durante 5 minutos.

Saturar la cámara de desarrollo, 30 minutos antes de efectuar la determinación, con 100 ml de cualquiera de las soluciones descritas.

Suspender el cromatograma en la cámara de desarrollo saturada, de modo que quede sumergido 1 cm dentro de la mezcla de disolventes, tapar y dejar desarrollar el cromatograma hasta obtener la separación de las fracciones.

Retirar el cromatograma de la cámara y permitir que seque a temperatura ambiente. Recortar las bandas coloridas en forma de tira y eluir el color de cada banda, con una mezcla de volúmenes iguales de acetona y agua. Recibir los eluatos en matraces volumétricos de 10 ml.

Determinar la absorción de cada fracción a la longitud de onda característica, en celdas de 1 cm de paso de luz.

Ajustar el cero del instrumento con la solución utilizada para eluir.

5.4 Expresión de resultados.

Calcular la concentración de cada una de las fracciones, tomando como referencia una curva de concentraciones conocidas del colorante principal.

$$\% \text{ de colorante subsidiario} = \frac{A * 100 * 10 * 100}{PM * 0,1}$$

Donde:

A = Suma de las concentraciones de cada una de las fracciones en gramos

PM = Masa de la muestra en gramos

6. Determinación de intermedios no combinados

6.1 Materiales y reactivos.

6.1.1 Materiales.

Vasos de precipitado de 200 y 400 ml

Matraces volumétricos de 100 ml

6.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico; cuando se mencione agua debe entenderse agua destilada.

Sulfato de amonio [(NH₄)₂SO₄] (libre de impurezas que absorban radiación en la región ultravioleta)

Solución eluyente de sulfato de amonio [(NH₄)₂SO₄] al 30%, ácido clorhídrico (HCl) al 1% y alcohol etílico al 5% (masa/volumen)

Polvo de celulosa

Solución patrón de ácido p-sulfónico de la fenilhidracina 0,073 mg/l, absorbe a 253 nm en solución básica

Solución patrón de ácido sulfanílico 0,0856 mg/l, absorbe a 249 nm

Solución patrón de 3-carboxi-1-1-(4-sulfofenil)-5-pirazolona 0,064 mg/l, absorbe a 257 nm en solución ácida

Hidróxido de amonio (NH₄OH) concentrado

Solución patrón de 4'-(diazamino) dibensulfónico (triaceno)

6.2 Aparatos e instrumentos.

Espectrofotómetro con graficador integrado para leer de 360 a 210 nm

Columna cromatográfica

6.3 Procedimiento.

6.3.1 Preparación de la columna cromatográfica.

Agitar en un vaso de precipitado 20 g de celulosa, con aproximadamente 200 ml de agua. Dejar sedimentar la mezcla 10 minutos o más y decantar el líquido sobrenadante. Repetir esta operación una vez más. Insertar un tapón de lana de vidrio en la parte angosta, arriba de la punta de la columna agregar aproximadamente 100 ml del eluyente a la celulosa lavada, mezclar perfectamente y vaciar dentro de la columna. Cuando todo el líquido se haya drenado, lavar con 100 ml más del eluyente.

6.3.2 Preparación de la celulosa.

Lavar en un vaso de precipitado 5 g de celulosa con 100 ml de agua, dejar sedimentar la mezcla 10-15 minutos y decantar el líquido sobrenadante. Agregar 100 ml de eluyente a la celulosa lavada, agitar, dejar sedimentar y decantar el líquido sobrenadante.

Preparar una solución al 2% del colorante en una mezcla de ácido clorhídrico-agua (HCl-H₂O) (1:99).

Transferir 5 ml a la celulosa lavada. Agitar brevemente y agregar 10 g de sulfato de amonio. Agitar perfectamente y transferir esta mezcla a la columna, enjuagar el vaso con 25ml de eluyente, agregando los lavados a la columna. Cuando toda la solución haya drenado, agregar 400 ml del eluyente y colectar 8 fracciones de 50 ml.

6.3.3 Determinación espectrofotométrica.

Dividir cada fracción colectada en 2 porciones, agregando una porción 0,6 ml de hidróxido de amonio (NH₄OH) concentrado. Examinar cada porción en el espectrofotómetro de 360 a 210 nm.

Comparar el espectro de absorción de las fracciones eluidas con el espectro de absorción obtenido con las soluciones de los intermediarios puros en el mismo disolvente.

Usualmente sólo se encuentra un intermediario del ácido sulfanílico. Si la pirazolona está presente, es casi completamente separado del ácido sulfanílico y del ácido p-fenilhidrazin sulfónico y se puede calcular directamente.

El ácido p-fenil hidrazin sulfónico y el ácido sulfanílico, son eluidos simultáneamente. Si ambos están presentes, la cantidad de cada uno puede calcularse del espectro de absorción de las soluciones ácidas y básicas.

6.3.4 Expresión de resultados.

$$\% \text{ de intermedios no combinados} = \frac{A_m}{A_p} \cdot \frac{C_p}{M} * 100$$

Donde:

A_m = Absorbancia de la muestra

A_p = Absorbancia del patrón de comparación

C_p = Concentración del patrón de comparación

M = Cantidad de la muestra en gramos

7. Determinación de intermedios no combinados

7.1 Materiales y reactivos.

7.1.1 Materiales.

Vaso de precipitados de 150 y 600 ml

Matraz volumétrico de 100 y 1000 ml

Tubo de hule

Pinzas para tubo de hule

7.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico y libres de fierro; cuando se indique agua, debe entenderse agua destilada.

Solución eluyente de sulfato de amonio $[(NH_4)_2SO_4]$ al 25% m/v

Polvo de celulosa grado estándar de 200 mallas

Lana de vidrio

Solución patrón de ácido ftálico a una concentración de 20 mg/l en el eluyente

Solución patrón del ácido 2(3'-5'-diyodo-2'4'-dihidroxibenzoil) benzoico. A una concentración de 20 mg/l en el eluyente

7.2 Aparatos e instrumentos.

Columna cromatográfica

Espectrofotómetro con graficador integrado para leer 400/220 nm

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

7.3 Procedimiento.

7.3.1 Preparación de la columna.

En un vaso de precipitado preparar una suspensión con 60 g de polvo de celulosa y 500 ml de la solución eluyente de $(NH_4)_2SO_4$. Colocar un tapón de lana de vidrio en la parte angosta, arriba de la punta de la columna. Teniendo la llave de la columna abierta, vaciar la suspensión y drenar el eluyente hasta el tope de la celulosa. Lavar el vaso y la columna con 200 ml del eluyente y drenar hasta que el líquido se encuentre 1-2 mm arriba del tope de la celulosa. Cerrar la llave.

7.3.2 Preparación de la muestra.

En un vaso de precipitado de 150 ml, pesar 0,500 g de muestra y disolver con 25 ml de agua. Agregar 10 g de polvo de celulosa y 500 g de sulfato de amonio.

7.3.3 Determinación.

Transferir cuantitativamente la pasta de colorante preparada como se indica arriba; a la columna, lavar el vaso con el eluyente y agregar los lavados a la columna. Dejar drenar hasta el tope de la celulosa.

Abrir la llave de la columna, agregar suficiente cantidad de eluyente e inmediatamente coleccionar fracciones de 100 ml. Continuar la elución hasta obtener 12 fracciones, conservando la columna y el contenido hasta que todas las fracciones hayan sido examinadas.

Obtener el espectro de absorción en la región ultravioleta de 220-400 nm de cada una de las fracciones obtenidas; si el espectro de absorción de la duodécima fracción muestra la presencia de algún compuesto intermedio, continuar coleccionando fracciones hasta que los intermedios presentes sean eluidos.

Normalmente se encuentra un compuesto intermedio. Para hacer la identificación y determinación cuantitativa, comparar el espectro de absorción del material eluido con el espectro de absorción de los intermedios puros disueltos en el mismo eluyente.

Por este procedimiento el ácido ftálico y el ácido 2(3',5'-diyodo-2',4'-dihidroxibenzoil) benzoico, son separados uno de otro, debido a que el triyodo-resorcinol descompone al yoduro y el espectro del yoduro no interfiere con la determinación de cualquiera de los otros dos intermedios.

Si están presentes cantidades superiores a lo estimado de ion yoduro, la muestra deberá ser analizada por el método alternativo.

7.4 Expresión de resultados.

$$\% \text{ de Intermedio presente} = \frac{A}{B} * \frac{C}{D} * 100$$

Donde:

A = Absorbancia de la muestra

B = Absorbancia del patrón de comparación

C = Concentración del patrón de comparación

D = Cantidad de la muestra en gramos

8. Determinación de intermedios no combinados

8.1 Materiales y reactivos.

8.1.1 Materiales.

Vasos de precipitado de 150 y 600 ml

Matraz volumétrico de 100 y 1000 ml

Probeta graduada de 500 ml

Tubo de hule

Pinzas para tubo de hule

8.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico y libres de hierro; cuando se indica agua debe entenderse agua destilada.

Solución eluyente de cloruro de sodio (NaCl) al 20% m/v conteniendo 0,5% de hidróxido de amonio (NH₄OH)

Polvo de celulosa grado estándar de 200 mallas

Hidróxido de amonio concentrado

Solución patrón de ácido ftálico. A una concentración de 20 mg/l en el eluyente

Solución patrón de triyodo-resorcinol. A una concentración de 20 mg/l en el eluyente

Solución patrón del ácido 2(3',5'-diyodo 2'-4'-dihidroxibenzoil) benzoico. A una concentración de 20 mg/l en el eluyente

8.2 Aparatos e instrumentos.

Columna cromatográfica

Espectrofotómetro con graficador integrado para leer de 400-200 nm

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

8.3 Procedimiento.

8.3.1 Preparación de la columna.

En un vaso de precipitado hacer una suspensión con 60 g de polvo de celulosa y 500 ml de la solución eluyente de NaCl. Colocar un tapón de lana de vidrio en la parte angosta, arriba de la punta de la columna. Teniendo la llave de la columna abierta, vaciar la suspensión y drenar el eluyente hasta el tope de la celulosa. Lavar la columna con 200 ml más del eluyente y drenar hasta que el líquido esté 1-2 mm arriba del tope de la celulosa. Cerrar la llave.

8.3.2 Preparación de la muestra.

En un vaso de precipitado de 150 ml, pesar 0,500 g de muestra y disolver con 25 ml de agua. Agregar 10 g de polvo de celulosa, 50 g de NaCl y 0,5 ml de solución concentrada de NH_4OH .

8.3.3 Determinación.

Transferir cuantitativamente la mezcla preparada como se indica en el punto anterior a la columna, lavar el vaso con el eluyente y agregar los lavados a la columna.

Dejar drenar hasta el tope de la celulosa. Abrir la llave de la columna y agregar suficiente cantidad de eluyente e inmediatamente comenzar a coleccionar fracciones de 100 ml. Continuar la elución hasta obtener 12 fracciones, conservando la columna y el contenido hasta que todas las fracciones hayan sido examinadas.

Determinar el espectro de absorción en la región ultravioleta de 220-400 nm de cada una de las fracciones obtenidas; si el espectro de absorción de la fracción duodécima muestra la presencia de algún compuesto intermedio, continuar coleccionando fracciones hasta que los intermedios presentes sean eluidos.

Normalmente sólo un intermedio es encontrado. Para hacer la identificación y determinación cuantitativa, comparar el espectro de absorción del material eluido con el espectro de absorción de los intermedios puros disueltos en el mismo eluyente.

8.4 Expresión de resultados.

$$\% \text{ de Intermedio} = \frac{A}{B} * \frac{C}{D} * 100$$

Donde:

A = Absorbancia de la muestra

B = Absorbancia del patrón de comparación

C = Concentración del patrón de comparación

D = Cantidad de la muestra en gramos

9. Determinación de intermedios no combinados

9.1 Materiales y reactivos.

9.1.1 Materiales.

Vasos de precipitado de 150 y 600 ml

Matraz volumétrico de 100 y 1000 ml

Probeta graduada de 200 ml

Tubo de hule

Pinzas para tubo de hule

9.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico y libres de fierro; cuando se indique agua debe entenderse agua destilada.

Solución eluyente de sulfato de amonio $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ al 25% m/v, conteniendo 0,5% de ácido clorhídrico (HCl)

Polvo de celulosa

Lana de vidrio

Solución patrón de ácido isatin-5-sulfónico. 20 mg/l en el eluyente

Solución patrón de ácido 5-sulfoantranílico. 30 mg/l en el eluyente

9.2 Aparatos e instrumentos.

Columna cromatográfica

Espectrofotómetro con graficador integrado para leer de 400-220 nm

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

9.3 Procedimiento.

9.3.1 Preparación de la columna cromatográfica.

En un vaso de precipitado, hacer una suspensión con 60 g de polvo de celulosa y 500 ml de solución eluyente. Colocar un tapón de lana de vidrio en la parte angosta, arriba de la punta de la columna. Teniendo la llave de la columna abierta, vaciar la suspensión y drenar el eluyente hasta el tope de la celulosa. Lavar el vaso y la columna con 200 ml de eluyente y drenar hasta que el líquido esté 1-2 mm arriba del tope de la celulosa. Cerrar la llave.

9.3.2 Preparación de la muestra.

En un vaso de precipitado de 150 ml, pesar 0,500 g de muestra y disolver con 25 ml de agua. Agregar 10 g de polvo de celulosa y 50 g de (NH₄)₂SO₄.

9.3.3 Determinación.

Transferir cuantitativamente la pasta de colorante preparada como se indicó, a la columna, lavar el vaso con el eluyente y agregar los lavados a la columna. Dejar drenar hasta el tope de la celulosa. Abrir la llave de la columna y agregar suficiente cantidad de eluyente e inmediatamente coleccionar fracciones de 100 ml.

Continuar la elución hasta obtener 12 fracciones, conservando la columna y el contenido hasta que todas las fracciones hayan sido examinadas.

Determinar el espectro de absorción en la región ultravioleta de 220-400 nm de cada una de las fracciones obtenidas; si el espectro de absorción de la duodécima fracción muestra la presencia de algún compuesto intermedio, continuar coleccionando fracciones hasta que sean totalmente eluidos.

Usualmente sólo se encuentra un compuesto intermedio. Para hacer su identificación y la determinación cuantitativa, comparar el espectro de absorción del material eluido con el espectro de absorción del intermedio puro disuelto en la solución eluyente.

9.4 Expresión de resultados.

$$\% \text{ de ácido isatin-5 - sulfónico} = \frac{A}{B} \cdot \frac{C}{D} \cdot 100$$

o

ácido 5 - sulfoantranílico

Donde:

A = Absorbancia de la muestra

B = Absorbancia del patrón de comparación

C = Concentración del patrón de comparación

D = Cantidad de muestra en gramos

10. Determinación de plomo

10.1 Materiales y reactivos.

10.1.1 Materiales.

Todo el material de vidrio después de lavado debe ser enjuagado con ácido nítrico (HNO₃) (1:1) y después con agua desionizada

Matraces volumétricos de 100 y 500 ml

Matraces Kjeldahl de 500 ml

Probetas graduadas de 50 y 100 ml

Pipetas graduadas de 1, 5 y 10 ml

Bureta graduada de 50 ml

Embudos de separación de 250 ml con llave y tapón de teflón

10.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben de ser grado analítico; cuando se indica agua debe entenderse agua desionizada.

Solución de referencia de plomo (1 µ/ml)

Disolver 1,598 g de nitrato de plomo ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$), previamente secado dos horas a 105°C (378 K) en ácido nítrico (HNO_3) al 1% (v/v) y diluir a un litro con el mismo ácido.

Acido nítrico al 1%

Diluir 10 ml de HNO_3 incoloro (densidad 1,40) a 1 litro con agua.

Solución de ácido cítrico al 50%

Solución de difeniltiocarbazona (Ditizona)

Solución concentrada de ditizona en cloroformo que contenga 1 mg/ml

Solución de trabajo de ditizona

Preparar una solución que contenga 20 mg/l.

Solución de cianuro de potasio al 10%

Disolver 50 g de cianuro de potasio (KCN) libre de fosfatos en agua y diluir a 500 ml.

Mezcla de amoniaco-cianuro

Colocar 100 ml de KCN al 10% en un matraz volumétrico de 500 ml. Añadir hidróxido de amonio (NH_4OH) para obtener 19,1 g de amoniaco (NH_3) y diluir a volumen con agua.

Solución de ácido perclórico (HClO_4) al 60-70%

Solución de clorhidrato de hidroxilamina al 10%

Disolver 10 g de clorhidrato de hidroxilamina ($\text{H}_2\text{NOH.HCl}$) en 20 ml de agua hacerla ligeramente alcalina con NH_4OH y extraer el plomo con ditizona. Remover el exceso de ditizona con cloroformo y calentar para eliminar cualquier residuo de cloroformo que quede en la capa acuosa. Acidificar con HCl y diluir a 100 ml.

Indicador de azul de timol al 0,1%

Disolver 0,1 g de azul de timol en agua y agregar suficiente hidróxido de sodio (NaOH) 0,1 N hasta que cambie a color azul diluir a 100 ml.

10.2 Aparatos e instrumentos.

Espectrofotómetro para leer a 510 nm

Balanza granataria con sensibilidad de 0,1 g

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

10.3 Procedimiento.

Precaución: Todo el procedimiento debe llevarse a cabo dentro de una campana de extracción.

10.3.1 Preparación de la muestra.

Transferir 5,00 g de muestra a un matraz Kjeldahl de 500 ml, agregar 10 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4), 10 ml de ácido nítrico (HNO_3) y calentar. Cuando se empiecen desprender humos de trióxido de azufre (SO_3), agregar 5 ml de HNO_3 y volver a calentar hasta que se desprendan humos de SO_3 . Repetir la adición de HNO_3 por cada desprendimiento de humos de SO_3 hasta que el colorante esté completamente disuelto y la solución sea incolora o amarillo claro; agregar 10 ml de una mezcla de HNO_3 y HClO_4 al 60-70% (1:1) y calentar hasta que la solución sea transparente.

Enfriar el matraz bajo una corriente de agua y neutralizar agregando pequeñas cantidades de NH_4OH . Agregar 20 ml de solución de ácido cítrico, 4 gotas de azul de timol y ajustar el pH entre 8,5-9,0 con NH_4OH . Agregar 5 ml de solución de KCN al 10%, transferir la solución alcalina a un embudo de separación de 250 ml.

10.3.2 Preparación de la curva estándar.

En varios embudos de 250 ml, poner 0, 2, 4, 6, 8 y 10 ml de la solución de referencia de plomo, completar el volumen a 50 ml con HNO_3 al 1%, neutralizar con NH_4OH , agregar 20 ml de ácido cítrico, 4 gotas de azul de timol y ajustar el pH entre 8,5-9,0 con NH_4OH . Agregar 5 ml de solución de KCN al 10%.

De este paso en adelante se les dará el mismo tratamiento tanto a los embudos que contienen los estándares como el que contiene la muestra.

10.3.3 Extracción.

Extraer el plomo con una porción de 20 ml de la solución de ditizona que contiene 20 mg/l (si la muestra contiene hierro que ocasione una excesiva oxidación de la ditizona, que está indicada por un color amarillo en la capa de cloroformo, agregar 10 ml de clorhidrato de hidroxilamina al 10%, con el propósito de reducir el hierro). Dejar que la capa de cloroformo se separe y transferir a un embudo de separación.

Lavar los glóbulos de cloroformo flotantes del primer embudo con 2 porciones de 5 ml cada uno de ditizona de baja concentración (4 mg/l) y pasarlos al segundo embudo. Repetirla extracción con porciones de solución concentrada de ditizona (20 mg/l) hasta que no se observe color rojo de ditizonato. Hacer 2 extracciones más con porciones de 10 ml de solución de ditizona de baja concentración (4 mg/l).

Al segundo embudo que contiene los extractos combinados de ditizona, agregar 25 ml de HNO₃ al 1%, agitar, dejar separar las capas y pasar la capa verde de ditizona a otro embudo de separación que contiene 25 ml de ácido nítrico al 1%. Agitar, dejar que las capas se separen y desechar la capa de cloroformo. Combinar los extractos de HNO₃ al 1%.

10.4 Determinación.

Añadir a los embudos que contienen las extracciones de HNO₃ al 1%, 10 ml de mezcla de amoníaco-cianuro. Mezclar perfectamente, añadir 10 ml de ditizona (8 mg/ml) y agitar un minuto.

Leer el extracto de cloroformo en un espectrofotómetro a 510 nm.

Trazar una curva estándar, graficando las absorciones de los estándares contra sus concentraciones y en ésta leer la concentración del problema.

10.5 Expresión de resultados.

Cálculos

$$\text{ppm del plomo} = \frac{L}{M}$$

Donde:

L = Microgramos de plomo obtenidos para la muestra problema de la curva

M = Masa de la muestra en gramos

Si la concentración es menor de 10 ppm se deberá utilizar el método de absorción atómica.

Repetibilidad

La diferencia entre 3 resultados obtenidos en un laboratorio en forma simultánea bajo las mismas condiciones y por el mismo analista, no debe exceder del 1% del valor medio.

11. Determinación de plomo por absorción atómica

11.1 Materiales y reactivos.

11.1.1 Materiales.

Todo el material de vidrio, después de lavado, debe ser enjuagado con ácido nítrico (HNO₃) (1:1) y posteriormente con agua desionizada.

Matraces redondos de fondo plano de 250 ml de junta esmerilada 24/40

Matraz volumétrico de 100 y 1000 ml

Pipetas graduadas de 1 y 5 ml

Vasos desechables de polipropileno de 3 ml

Embudos de filtración

Papel Whatman No. 1

Pipetas de 10, 20, 50, 100, 200 y 500 µl

Puntas desechables para pipetas

11.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico; cuando se indique agua debe entenderse agua desionizada.

Acido Nítrico (HNO₃) concentrado

Solución de referencia de plomo (1 µg/ml)

Disolver 1,598 g de nitrato de plomo (Pb(NO₃)₂), previamente secado 2 horas a 105°C (378 K) en HNO₃ al 1% (v/v) y diluir a un litro con el mismo ácido.

11.2 Aparatos e instrumentos.

Refrigerante recto de 50 cm de largo con entrada esmerilada 24/40

Placa caliente con regulador de temperatura

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

Espectrofotómetro de absorción atómica con horno de grafito con sistema de registro automático

Lámpara de cátodo hueco para plomo

11.3 Procedimiento.

Precaución: Todo el procedimiento debe llevarse a cabo dentro de una campana de extracción.

11.3.1 Preparación de la muestra.

En un matraz redondo de fondo plano de 250 ml, colocar 1,0 g de muestra, agregar 5 ml de agua, 10 ml de HNO₃ concentrado y dejar a temperatura ambiente de 20 a 30 minutos.

Conectar el matraz al refrigerante y calentar en la placa caliente a baja temperatura hasta que la solución esté completamente clara, dejar enfriar (filtrar en caso necesario) y llevar a 100 ml en un matraz volumétrico con agua desionizada.

Preparar un blanco de reactivo siguiendo el mismo procedimiento utilizado con la muestra.

11.3.2 Condiciones de operación.

Las específicas del equipo con que se trabaje.

11.3.3 Preparación de las diluciones estándar.

Estándar de 10 µg/ml

Tomar 10 ml de la solución de referencia de plomo (1 µg/ml) y llevar a 100 ml con agua.

Estándar de 1 µg/ml

Tomar 10 ml de la solución de 10 µg/ml y llevar a 100 ml con agua.

Estándar de 2 µg/ml

Tomar 20 ml de la solución de 10 µg/ml y llevar a 100 ml con agua.

11.3.4 Preparación de las muestras adicionadas.

En un vaso desechable de polipropileno, poner 900 µl de la muestra diferida y 100 µl del estándar de 1 µg/ml y mezclar perfectamente (0,1 µg/ml).

En un vaso desechable de polipropileno, colocar 900 µl de la muestra diferida y 100 µl del estándar de 2 µg/ml y mezclar perfectamente (0,2 µg/ml).

Leer con las mismas condiciones de operación el blanco del reactivo, la muestra y las muestras adicionadas.

11.4 Expresión de resultados.

Trazar una gráfica con la concentración de las muestras adicionadas µg/Kg contra la lectura en cm de las respuestas en el graficador, incluyendo la lectura que da la muestra sinestándar agregado.

Prolongar el eje de las concentraciones y la línea de la gráfica obtenida hasta que se crucen para que el cero de ambos sea el punto de intersección.

$$\mu\text{g} / \text{Kg de plomo} = \frac{L * 100}{M}$$

Donde:

L = Lectura en µg obtenida en la gráfica

M = Cantidad de muestra utilizada en gramos

12. Determinación de arsénico

12.1 Materiales y reactivos.

12.1.1 Materiales.

Todo el material de vidrio, después de lavado, debe ser enjuagado con ácido nítrico (HNO₃) (1:1) y posteriormente con agua destilada.

Matraces redondos de fondo plano de 125 ml con junta esmerilada 24/40

Tubo de vidrio de 1 cm de diámetro y 6-7 cm de largo con tapón de hule para ajustarse al matraz redondo

Tubo delgado de vidrio de 2,6-2,7 mm de diámetro y 10-12 cm de largo con tapón de hule para ajustarse al tubo de 1 cm de diámetro y 6-7 cm de largo

Papel filtro en tiras de 2,5 mm de ancho por 25 cm de largo

Pipetas graduadas de 10 ml

Bureta graduada

12.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico; cuando se indique agua debe entenderse agua destilada.

Solución de cloruro estanoso

Disolver 40 g de cloruro estanoso dihidratado ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), libre de arsénico en ácido clorhídrico (HCl) y diluir a 100 ml con HCl.

Granalla de zinc de 20-30 mallas, libre de arsénico

Solución de yoduro de potasio

Disolver 15 g de yoduro de potasio (KI) en agua y diluir a 100 ml.

Acido clorhídrico (HCl)

Solución estándar de arsénico

Disolver 1 g de trióxido de arsénico (As_2O_3) en 25 ml de una solución al 20% de NaOH, saturar la solución con una corriente de dióxido de carbono (CO_2) y diluir a un litro con agua recién hervida (1 ml = 1 mg As_2O_3), diluir 40 ml de esta solución a un litro. Diluir 50 ml de la solución anterior a un litro (1 ml = 20 μg de As_2O_3).

Arena de mar, limpia y blanca de 30 mallas

Lavar sucesivamente con solución caliente de hidróxido de sodio (NaOH) al 10%, ácido nítrico (HNO_3) caliente y agua caliente. Secar esta arena limpia, humedecer completamente con solución saturada de acetato de plomo y secar.

Papel de bromuro mercúrico

Usar el papel comercial que se vende para esta determinación, pues la uniformidad y textura en el papel es de gran importancia en este método comparativo, las irregularidades en la impregnación y la textura producen resultados incorrectos. Cortar uniformemente las tiras de 2,5 mm de ancho y aproximadamente 12 cm de largo y sensibilizar como se indica a continuación:

Impregnar las tiras en una solución al 3-6% (óptimo 5%) de bromuro de mercurio (HgBr_2) en alcohol, una hora o más, de acuerdo con la calidad y actividad del zinc usado (el teñido irregular provocado por la rápida formación de trihidruro de arsénico (AsH_3), puede ser acortado o intensificado aumentando la concentración de HgBr_2 y viceversa).

Después de impregnadas las tiras, secar individualmente sobre varillas de vidrio o grupos al aire. Colocar las tiras casi secas entre hojas de papel limpio y presionar lo suficiente. Guardar en un lugar seco y oscuro.

El deterioro de las tiras impregnadas da como resultado un teñido más débil y más extendido. Un buen teñido se obtiene con el uso de tiras con un día de impregnación.

12.2 Aparatos e instrumentos.

Baño de agua

Refrigerante recto de agua

Balanza granataria con sensibilidad de 0,1 g

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

12.3 Procedimiento.

12.3.1 Digestión de la muestra.

En un matraz redondo de fondo plano, pesar 1-2 g de muestra y humedecer con 5 ml de agua, 5 ml de ácido clorhídrico concentrado y poner a reflujo en baño de agua por un lapso de 90-120 minutos. Pasado este tiempo, lavar el refrigerante con 4 porciones de 10 ml de agua, quitar el reflujo y hacer la determinación.

12.3.2 Preparación de los estándares.

De la solución que contiene 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$, tomar 5 ml y llevar a 100 ml en matraz volumétrico (1 ml = 1 μg de As_2O_3).

Colocar en matraces redondos de fondo plano de 250 ml 1, 3, 4 y 5 ml de la solución anterior y añadir a cada matraz 5 ml de HCl concentrado.

12.3.3 Preparación de los tubos de absorción.

Colocar al tubo de vidrio de 1 cm de diámetro, un pequeño cojín comprimido de lana de vidrio y añadir de 3, 5-4 g de arena de mar (después de usada esta arena, se puede recuperar al lavarla con ácido nítrico y después con agua desionizada hasta que no dé reacción ácida y tratar de nuevo con solución saturada de acetato de plomo).

Conectar a este tubo, el tubo delgado de vidrio 2,6-2,7 mm de diámetro e introducir en éste la tira impregnada con $HgBr_2$, de tal manera que la parte inferior quede suspendida inmediatamente por encima del tapón de hule con el que se une al otro tubo y para sujetar la tira, doblar en la salida superior del tubo delgado de vidrio.

12.4 Determinación.

A los matraces que contienen la muestra digerida, los estándares y un blanco con 5 ml de HCl concentrado, añadir agua destilada para tener un volumen igual en todos los matraces de aproximadamente 50 ml, enseguida añadir a todos 5 ml de solución de yoduro de potasio (KI), 4 gotas de solución de $SnCl_2$, mezclar y dejar reposar 30 minutos.

Transcurrido este tiempo, añadir a cada uno 5 g de granalla de zinc e inmediatamente colocar el tubo de absorción en el matraz y dejar reaccionar una hora. Sacar las tiras de papel y comparar las manchas obtenidas de los problemas con las manchas de los estándares.

12.5 Expresión de resultados.

$$\text{mg / Kg de As}_2\text{O}_3 = \frac{M * 1000}{P}$$

Donde:

M= μg de As_2O_3 obtenida de la tira problema, al comparar con las tiras de los estándares

P= Masa de la muestra en gramos

13. Determinación de arsénico por generación de hidruros en absorción atómica

13.1 Materiales y reactivos.

13.1.1 Materiales.

Todo el material de vidrio, después de lavado, debe ser enjuagado con ácido nítrico (HNO_3) (1:1) y posteriormente con agua desionizada.

Matraz de bola de fondo plano de 250 ml con unión esmerilada 24/40

Matraz aforado de 100 ml

Pipetas volumétricas de 1 y 10 ml

Refrigerante recto de 50 cm de largo con unión esmerilada 24/40

Microjeringa de 0,1 ml

Embudos de filtración

Papel Whatman No.1

13.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico; cuando se indique agua debe entenderse agua desionizada.

Acido nítrico (HNO_3)

Borohidruro de sodio ($NaBH_4$) al 5% en hidróxido de sodio ($NaOH$) al 2%

Acido clorhídrico (HCl) al 1,5% en agua

Alcohol octílico

Solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 20% en agua (v/v)

Solución de H_2SO_4 al 1% en agua (v/v)

Solución de hidróxido de sodio (KOH) al 20% en agua

Solución estándar de arsénico de 1000 $\mu\text{g/ml}$

Disolver 1,320 g de trióxido de arsénico (As_2O_3) en 25 ml de una solución de KOH al 20% (p/v). Neutralizar con ácido sulfúrico al 20% (v/v), utilizando fenolftaleína como indicador, llevar a un litro con H_2SO_4 al 1% (v/v)

Solución estándar de 10 $\mu\text{g/ml}$

Tomar 1 ml de la solución estándar de 1000 $\mu\text{g/ml}$ y llevar a 100 ml en un matraz volumétrico con agua.

Solución estándar de 1 $\mu\text{g/ml}$

Tomar 10 ml de la solución estándar de 10 $\mu\text{g/ml}$ y llevar a 100 ml en un matraz volumétrico con agua.

13.3 Aparatos e instrumentos.

Espectrofotómetro de absorción atómica equipado con sistema generador de hidruros

Lámpara de cátodo hueco para determinar arsénico

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

Parrilla eléctrica con regulador de temperatura

13.4 Procedimiento.

13.4.1 Preparación de la muestra.

En un matraz redondo de fondo plano, pesar de 1-2 g de muestra, agregar 5 ml de agua, 10 ml de ácido nítrico concentrado y dejar a temperatura ambiente de 20 a 30 minutos.

Conectar el matraz al refrigerante y calentar en placa caliente a baja temperatura hasta que la solución esté clara, dejar enfriar. Lavar el refrigerante y la boca del matraz con agua, colectando los lavados en el mismo matraz.

Filtrar recibiendo en un matraz volumétrico de 100 ml, enjuagar el matraz y papel filtro con 4 porciones sucesivas de 10 ml de agua y llevar a volumen con agua.

Preparar un blanco de reactivos, siguiendo el mismo procedimiento utilizado con la muestra.

13.4.2 Condiciones de operación.

Para realizar la lectura del arsénico en el espectrofotómetro de absorción atómica, calentar la lámpara de arsénico por lo menos 15 minutos antes, de igual manera ajustar la celda de cuarzo al paso del rayo de luz y calentar previamente al análisis.

13.4.3 Determinación.

Tomar una alícuota de 1 ml de la muestra preparada, ponerla en el frasco de reacción, añadir 10 ml de HCl al 1,5% y 3 gotas de alcohol octílico. Colocar el frasco de reacción en el aparato generador de hidruros y accionar para permitir el paso de la solución de borohidruro al frasco de reacción. El hidruro de arsénico formado es conducido a la celda de cuarzo por el flujo del gas de arrastre, aquí se atomiza el metal y se realiza la lectura. Este dato aparece en el indicador en unidades de absorbancia, tomar este dato para efectuar los cálculos.

Realizar por lo menos 3 determinaciones para cada muestra o hasta que los valores de las lecturas se repitan. Proceder de esta forma con todas las muestras, incluyendo el blanco de reactivos.

13.4.4 Preparación de las muestras adicionadas.

Poner 1 ml de la muestra digerida y 100 µl del estándar de 1 µg/ml en el frasco de reacción y proceder como se indica en donde dice: "Añadir 10 ml ..." (0,1 µg de As).

Poner 1 ml de muestra digerida y 200 µl del estándar de 1 µg/ml en el frasco de reacción y proceder como se indica en donde dice: "Añadir 10 cm..." (0,2 µg de As).

13.5 Expresión de resultados.

Con las lecturas obtenidas de la muestra sacar un promedio, restar la lectura del blanco de reactivo.

Graficar las unidades de absorbancia contra la concentración de las muestras adicionadas y en la ordenada al origen poner el dato de la muestra que se utilizó para elaborar los estándares, se traza una recta que cruce por los tres puntos y se prolonga hasta el eje de las ordenadas. Interpolar los valores de absorbancia para obtener la concentración, tomando en cuenta que el nuevo cero será donde la recta intersecta el eje de las ordenadas.

$$\text{mg / Kg de As} = \frac{L * A}{M}$$

Donde:

L= Lectura en µg/ml obtenida en la gráfica

A= Dilución de la muestra

M= Cantidad de muestra utilizada en gramos

14. Determinación de mercurio por generación de hidruros en absorción atómica

14.1 Materiales y reactivos

14.1.1 Materiales.

Todo el material de vidrio, después de lavado, debe ser enjuagado con HNO₃ (1:1) y posteriormente con agua desionizada.

Matraz bola de fondo plano de 250 ml con unión esmerilada 24/40

Matraz aforado de 100 ml

Pipetas volumétricas de 1 y 10 ml
Refrigerante recto de 50 cm de largo con unión esmerilada 24/40
Microjeringa de 0,1 ml
Embudos de filtración
Papel Whatman No. 1

14.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico; cuando se indique agua debe entenderse agua desionizada.

Acido nítrico (HNO_3)
Borohidruro de sodio (NaBH_4) al 5% en hidróxido de sodio (NaOH) al 2%
Acido clorhídrico (HCl) al 1,5% en agua
Alcohol octílico
Acido clorhídrico (HCl) (1:1)
Solución estándar de mercurio de 1000 $\mu\text{g/ml}$
Disolver 1,080 g de óxido de mercurio (HgO) en la mínima cantidad de HCl (1:1). Diluir hasta la marca con agua.
Solución estándar de 10 $\mu\text{g/ml}$
Tomar 1 ml de la solución estándar de 1000 $\mu\text{g/ml}$ y llevar a 100 ml en un matraz volumétrico con agua
Solución estándar de 1 $\mu\text{g/ml}$

Tomar 10 ml de la solución estándar de 10 $\mu\text{g/ml}$ y llevar a 100 ml en un matraz volumétrico con agua.

14.2 Aparatos e instrumentos.

Espectrofotómetro de absorción atómica equipado con sistema generador de hidruros
Lámpara de cátodo hueco para determinar mercurio
Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg
Parrilla eléctrica con regulador de temperatura

14.3 Procedimiento.

14.3.1 Preparación de la muestra.

En un matraz redondo de fondo plano, pesar 1-2 g de muestra, agregar 5 ml de agua, 10 ml de HNO_3 concentrado y dejar a temperatura ambiente de 20 a 30 minutos.

Conectar el matraz al refrigerante y calentar en placa a baja temperatura hasta que la solución esté clara, dejar enfriar. Lavar el refrigerante y la boca del matraz con agua,colectando los lavados en el mismo matraz.

Filtrar recibiendo en un matraz volumétrico de 100 ml, enjuagar el matraz y papel filtro con 4 porciones sucesivas de 10 ml de agua y llevar a volumen con agua.

Preparar un blanco de reactivos siguiendo el mismo procedimiento utilizado con la muestra.

14.3.2 Condiciones de operación.

Para realizar la lectura del mercurio en el espectrofotómetro de absorción atómica, calentar la lámpara de mercurio por lo menos 15 minutos antes; de igual manera ajustar la celda de cuarzo al paso del rayo de luz y calentar previamente al análisis.

14.3.3 Determinación.

Tomar una alícuota de 1 ml de la muestra preparada como se indica. Ponerla en el frasco de reacción, añadir 10 ml de ácido clorhídrico al 1,5% y 3 gotas de alcohol octílico.

Colocar el frasco de reacción en el aparato generador de hidruros y accionar para permitir el paso de la solución de borohidruro al frasco de reacción.

El hidruro de mercurio formado es conducido a la celda de cuarzo por el flujo del gas de arrastre, aquí se atomiza el metal y se realiza la lectura. Este dato aparece en el indicador en unidades de absorbancia, tomar este dato para efectuar los cálculos.

Realizar por lo menos 3 determinaciones para cada muestra o hasta que los valores de las lecturas se repitan. Proceder de esta forma con todas las muestras, incluyendo el blanco de reactivos.

14.3.4 Preparación de las muestras adicionadas.

Poner 1 ml de la muestra diferida y 100 µl del estándar de 1 µg/ml en el frasco de reacción y proceder como se indica donde dice: "Añadir 10 ml ..." (0,1 µg de As).

Poner 1 cm de muestra diferida y 200 µl del estándar de 1 µg/ml en el frasco de reacción y proceder como se indica en donde dice: "Añadir 10 ml ..." (0,2 µg de As).

14.4 Expresión de resultados.

Con las lecturas obtenidas de la muestra sacar un promedio, restar la lectura de blanco de reactivo.

Graficar las unidades de absorbancia contra la concentración de las muestras adicionadas y en la ordenada al origen poner el dato de la muestra que se utilizó para elaborar los estándares, se traza una recta que cruce por los 3 puntos y se prolonga hasta el eje de las ordenadas. Interpolar los valores de absorbancia para obtener la concentración, tomando en cuenta que el nuevo cero será donde la recta interseca el eje de las ordenadas.

$$\text{mg / Kg de Hg} = \frac{L * A}{M}$$

Donde:

L = Lectura en µg/ml obtenida en la gráfica

A = Dilución de la muestra

M = Cantidad de muestra utilizada en gramos

15. Determinación de cromo

15.1 Materiales y reactivos.

15.1.1 Materiales.

Todo el material de vidrio, después de lavado, debe ser enjuagado con HNO₃ (1:1) y posteriormente con agua destilada.

Matraz volumétrico de 100 y 1000 ml

Vaso de precipitados de 250 ml

Cápsula de platino de 8 cm de diámetro

Agitador de vidrio

Embudo de filtración

Papel filtro

15.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico; cuando se indica agua debe entenderse agua destilada.

Solución concentrada de cromo (100 µg/ml)

Transferir 283 mg de dicromato de potasio (K₂Cr₂O₇) a un matraz volumétrico de 1000 ml, disolver y aforar con agua.

Solución patrón de cromo (1, 2 y 3 µg/ml)

Transferir 1, 2 y 3 ml de la solución concentrada de cromo en diferentes matraces volumétricos de 100 ml, que deben contener 1 g de carbonato de sodio (Na₂CO₃), diluir y aforar con agua.

Mezclas de fusión

Mezclar perfectamente una parte (m/m) de Na₂CO₃ con dos partes de carbonato de potasio (K₂CO₃).

Peróxido de hidrógeno al 6%

Diluir 10 ml de peróxido de hidrógeno (H₂O₂) al 30%, con agua hasta 50 ml.

15.2 Aparatos e instrumentos.

Mechero

Placa con regulador de temperatura

Mufla con pirómetro

Espectrofotómetro para leer en la región visible de 310-450 nm, con graficador integrado

Campana de extracción

15.3 Procedimiento.

Transferir 2 g de la muestra a la cápsula de platino, añadir 3,2 g de la mezcla de fusión. Mezclar cuidadosamente con el agitador de vidrio hasta obtener una mezcla homogénea.

Calentar la cápsula de platino que contiene la muestra con el mechero (dentro de una campana) hasta que no se produzcan humos y se carbonice totalmente la muestra.

Colocar la cápsula en la mufla y calcinar a 850°C (1123 K) durante 2 horas, hasta que la muestra no presente color. Apagar la mufla y permitir que el fundido se enfríe y solidifique.

Añadir 20 ml de agua a la cápsula y calentar suavemente sobre una placa caliente hasta disolución de los sólidos. Transferir cuantitativamente la solución resultante a un vasode precipitados de 250 ml. Enjuagar la cápsula con agua y recibir en el mismo vaso, el volumen final no debe exceder de 75 ml.

Añadir 10 ml de H₂O₂, agitar y calentar hasta ebullición sobre una placa caliente, continuar en ebullición durante 10 minutos hasta destruir el peróxido. Enfriar a temperatura ambiente en un baño de agua fría. Filtrar la solución por gravedad a través del papel filtro, recibir el filtrado en un matraz volumétrico de 100 ml.

Lavar el vaso y el filtro con pequeñas porciones de agua, recibir los lavados en el matraz, aforar a 100 ml, tapar y mezclar perfectamente.

Determinar el espectro de absorción de la muestra y de las soluciones patrón de cromo en el intervalo de 310-450 nm con celdas de 5 cm de paso de luz.

15.4 Expresión de resultados.

Con el patrón más próximo al de la muestra, calcular la concentración de cromo como se indica a continuación:

$$\text{mg / Kg de cromo} = \frac{A_m}{A_p} * C_p * 50$$

Donde:

A_m = Absorbancia de la muestra

A_p = Absorbancia del patrón de referencia

C_p = Concentración del patrón empleado (µg de Cr/ml)

50 = Factor de dilución

16. Determinación de pureza (color total)

16.1 Materiales y reactivos.

16.1.1 Materiales.

Equipo de titulación

Matraz volumétrico de 1 y 2 litros

Matraz de yodo de 200 ml

Matraz Erlenmeyer de 500 ml

Bureta de 50 ml, graduada de 0,1 ml

Probetas graduadas de 100 y 200 ml

Equipo generador de hidrógeno para almacenar TiCl₃

(Véase la gráfica No. 1)

16.1.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico; cuando se indique agua debe entenderse agua destilada.

Tricloruro de titanio 0,1 N

Poner 200 ml de tricloruro de titanio (TiCl₃) al 15% en un matraz volumétrico de 2 litros, agregar 150 ml de HCl y llevar a la marca con agua. Esta solución es aproximadamente 0,1 N. Colocar en un recipiente adecuado, al cual se le pueda proporcionar atmósfera de hidrógeno y dejar estandarizado 2 días, con el propósito de absorber el oxígeno residual.

Valoración de la solución de tricloruro de titanio

Pesar 3 g de sulfato ferroso amoniacal [FeSO₄ (NH₄)₂ SO₄.6H₂O] y colocarlos en un matraz Erlenmeyer de 500 ml, agregar 50 ml de agua recientemente hervida y pasar unacorriente de dióxido de carbono (CO₂) adicionar 25 ml de H₂SO₄ al 40% (en peso).

Sin interrumpir la corriente de CO₂, agregar rápidamente 40 ml de la solución de K₂Cr₂O₇ 0,1 N.

Agregar la solución de TiCl₃ hasta un punto cercano al final calculado. Añadir rápidamente 5 g de tiocianato de amonio (NH₄SCN) y finalizar la valoración.

Hacer un blanco de reactivo utilizando 3 g de FeSO₄ (NH₄)₂ SO₄.6 H₂O y las mismas cantidades de agua, H₂SO₄ y NH₄SCN, pasando siempre corriente de CO₂.

Cálculos de normalidad

$$\text{Normalidad TiCl}_3 = \frac{\text{ml de K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 * \text{normalidad del K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}{\text{ml de TiCl}_3}$$

Solución valorada de dicromato de potasio

Disolver 4,9032 de K₂Cr₂O₇ previamente secado a 100°C (373 K) por dos horas, para alcanzar un valor de oxidación de 99,95-100,05% y llevar a un litro con agua.

Valoración de la solución de dicromato de potasio

En un matraz de yodo colocar 50 ml de la solución K₂Cr₂O₇. Agregar 50 ml de agua recientemente hervida y fría, 2 g de yoduro de potasio (KI) y agitar hasta que el yoduro sedisuelva.

Con pipeta volumétrica, agregar 20 ml de HCl 1N, tapar y mezclar por agitación, dejar en reposo, en un lugar oscuro por 10 minutos.

Enfriar el matraz en hielo por un minuto, agitando continuamente, titular la solución con Na₂S₂O₃ 0,1N, hasta la aparición de un color amarillo paja. Agregar 2 ml de la solución de almidón y terminar la titulación hasta el cambio de un color azul verdoso a verde claro, éste se produce con 0,01 ml, efectuar la determinación por triplicado.

Cálculos de normalidad

$$\text{Normalidad del K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = \frac{\text{ml de Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 * \text{N del Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{ml de K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$$

Donde:

N = Normalidad

Bitartrato de sodio

Citrato de sodio

Sulfato ferroso amoniacal (Sal de Mohr's) [FeSO₄ (NH₄)₂SO₄.6H₂O]

Acido clorhídrico (HCl)

Acido sulfúrico (H₂SO₄)

Yoduro de potasio (KI)

Tiocianato de amonio (NH₄SCN)

Tiosulfato de sodio (Na₂S₂O₃) 0,1 N

Solución de almidón al 1%

16.2 Aparatos e instrumentos.

Placa caliente con agitador

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

16.3 Procedimiento.

Preparar una solución al 1% en agua de la muestra y colocar en el matraz de titulación un volumen equivalente de la solución para tener un gasto de aproximadamente de 20 ml de TiCl₃, agregar 15 g del amortiguador y agua para tener un volumen de 150-200 ml. Calentar hasta ebullición y titular con la solución valorada de TiCl₃ hasta decoloración total.

16.4 Expresión de resultados.

$$\% \text{ de color Total} = \frac{A \times B \times F \times D}{C} * 100$$

Donde:

A= ml de TiCl₃ gastados en la titulación

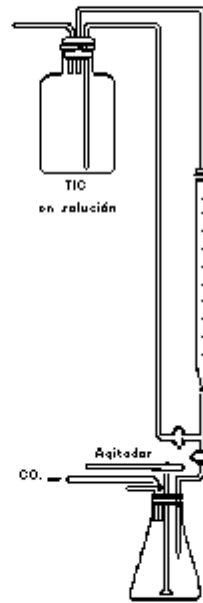
B= Normalidad de $TiCl_3$
 C= Cantidad de muestra en gramos
 D= Factor de dilución
 F= Factor de color

TABLA 1

Colorante	Amortiguador	PM	g de Col por ml de $TiCl_3$ 0,1 N	ml de $TiCl_3$ por g/color
Az #1	b	792,8	0,03965	25,2
Az #2	b	466,4	0,02232	42,9
Am #5	b	534,4	0,01336	74,9
Am #6	a	452,4	0,01131	88,4
Ro #5	a	502,4	0,01256	79,6
Ro #6	a	604,5	0,01511	66,2
Ro #40	b	496,4	0,01241	80,5
Ve #3	b	808,9	0,04045	24,7

Donde:

Col = Colorante
 PM = Peso Molecular
 Az = Azul
 Am = Amarillo
 Ro = Rojo
 Ve = Verde
 a = Citrato de sodio
 b = Bitartrato ácido de sodio



G R A F I C A No. 1

México, D.F., a 29 de noviembre de 1994.- El Director General de Control Sanitario de Bienes y Servicios, José Meljem Moctezuma.- Rúbrica.

Fuente : Diario Oficial de la Federación

Fecha de Publicación: 22 de Octubre de 2004

AVISO DE CANCELACION DE LAS NORMAS OFICIALES MEXICANAS

NOM-038-SSA1-1993 BIENES Y SERVICIOS. COLORANTES ORGANICOS SINTETICOS. ESPECIFICACIONES SANITARIAS GENERALES

NOM-118-SSA1-1994 BIENES Y SERVICIOS. MATERIAS PRIMAS PARA ALIMENTOS, PRODUCTOS DE PERFUMERIA Y BELLEZA. COLORANTES Y PIGMENTOS INORGANICOS. ESPECIFICACIONES SANITARIAS

NOM-119-SSA1-1994 BIENES Y SERVICIOS. MATERIAS PRIMAS PARA ALIMENTOS, PRODUCTOS DE PERFUMERIA Y BELLEZA. COLORANTES ORGANICOS NATURALES. ESPECIFICACIONES SANITARIAS

PUBLICADAS EN EL DIARIO OFICIAL DE LA FEDERACION LOS DIAS 7 DE FEBRERO, 20 DE SEPTIEMBRE Y 20 DE OCTUBRE DE 1995, RESPECTIVAMENTE.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Salud.

ERNESTO ENRIQUEZ RUBIO, Comisionado Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, con fundamento en lo dispuesto por los artículos 39 de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal, 3o. fracciones XXII y XXIV, 13 apartado A fracciones I y II, 17 bis, 194 fracción I, 195 de la Ley General de Salud, 38, 40 y 51 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, 39 y 40 de su Reglamento, 1o., 2o. del Reglamento de Control Sanitario de Productos y Servicios, 3o., 10, 11 y 18 del Reglamento de la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios, y

CONSIDERANDO

a) Que de conformidad con los objetivos establecidos en el Plan Nacional de Desarrollo 2001-2006, y debido al compromiso que tiene la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios de contribuir a la mejora regulatoria en nuestro país, ésta se ha enfocado a realizar acciones con el fin de eliminar regulaciones excesivas u obsoletas para la industria que impongan costos innecesarios, que no representen un riesgo para la población o que ya se encuentren establecidas en otros ordenamientos legales;

b) Que la Comisión Federal para la Protección Contra Riesgos Sanitarios tiene a su cargo el ejercer la regulación, control y fomento sanitarios, en materia de alimentos y productos de perfumería y belleza, así como en las materias primas y aditivos que intervengan en la elaboración de los mismos y en los establecimientos dedicados a su proceso o almacenamiento;

c) Que a dicha Comisión le compete establecer los requisitos de condición sanitaria que deben cubrir los procesos, productos, métodos, instalaciones, servicios o actividades en las materias señaladas en el considerando anterior y elaborar y emitir las normas oficiales mexicanas que se requieran;

d) Que la Ley Federal sobre Metrología y Normalización señala que las normas oficiales mexicanas tendrán como finalidad establecer las características y/o especificaciones que deban reunir los productos y procesos cuando éstos puedan constituir un riesgo para la seguridad de las personas o dañar la salud humana;

e) Que el Reglamento de Control Sanitario de Productos y Servicios define a los riesgos como la probabilidad de que se desarrolle cualquier propiedad biológica, química o física que cause daño a la salud del consumidor;

f) Que con base en lo antes expresado, es necesario que exista un riesgo en la salud humana para que se justifique la expedición o la vigencia de normas oficiales mexicanas;

g) Que el artículo 51 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización señala que cuando no subsistan las causas que motivaron la expedición de una norma oficial mexicana, las dependencias competentes podrán modificar o cancelar la norma de que se trate sin seguir el procedimiento para su elaboración;

h) Que el artículo 40 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización señala que en la revisión de las normas oficiales mexicanas se tomará en consideración, entre otras cosas, que se haya aprobado una norma o lineamiento internacional referente al producto o servicio a regular, que no existía cuando la norma fue publicada o se compruebe que la norma oficial mexicana es obsoleta o la tecnología la ha superado.

i) Que con fechas 7 de febrero, 20 de septiembre y 20 de octubre de 1995 se publicaron en el **Diario Oficial de la Federación** las normas oficiales mexicanas NOM-038-SSA1-1993, "Bienes y servicios. Colorantes orgánicos sintéticos. Especificaciones sanitarias generales", NOM-118-SSA1-1994, "Bienes y servicios. Materias primas para alimentos. Productos de perfumería y belleza. Colorantes y pigmentos inorgánicos. Especificaciones sanitarias" y NOM-119-SSA1-1994, "Bienes y servicios. Materias primas para alimentos. Productos de perfumería y belleza.

Colorantes orgánicos naturales. Especificaciones sanitarias”, los cuales establecen las especificaciones sanitarias de los colorantes orgánicos sintéticos, de los colorantes y pigmentos orgánicos e inorgánicos y de los colorantes orgánicos naturales utilizados en las materias primas para alimentos y productos de perfumería y belleza;

j) Que con fecha 15 de diciembre de 1999 se publicó el "Acuerdo por el que se determinan las sustancias permitidas como aditivos y coadyuvantes" el cual establece los aditivos permitidos de manera específica y no por familias químicas como lo establece actualmente la NOM-038-SSA1-1993, "Bienes y servicios. Colorantes orgánicos sintéticos. Especificaciones sanitarias generales”;

k) Que el Acuerdo citado considera 361 colorantes permitidos, de los cuales 53 no están contemplados en conjunto en las normas oficiales mexicanas citadas, por lo que no hay concordancia entre dichos ordenamientos;

l) Que en la actualidad, existen diversas normas oficiales mexicanas para productos específicos que señalan los límites máximos que se pueden utilizar en alimentos y productos de perfumería y belleza y que, en algunas ocasiones se contraponen con las normas que nos ocupan;

m) Que después de la realización de un estudio técnico a las normas oficiales mexicanas materia del presente aviso, se encontró que las especificaciones contempladas en las mismas se encuentran obsoletas y ya superadas tanto por la normativa internacional como por diversos ordenamientos legales vigentes en nuestro país, lo cual inhibe el desarrollo de nuevos productos sin un sustento sanitario específico y sin contribuir a la reducción de riesgos en nuestro país;

n) Que en virtud de lo anterior, la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios determinó que las normas oficiales mexicanas en comento se consideran obsoletas, no eliminan ningún riesgo a la salud de los consumidores, se contraponen a otros ordenamientos legales e inhiben el desarrollo tecnológico, por lo que con base en lo antes expuesto he tenido a bien expedir el presente

**AVISO DE CANCELACION DE LAS NORMAS OFICIALES MEXICANAS NOM-038-SSA1-1993,
"BIENES Y SERVICIOS. COLORANTES ORGANICOS SINTETICOS. ESPECIFICACIONES
SANITARIAS GENERALES", NOM-118-SSA1-1994, "BIENES Y SERVICIOS. MATERIAS PRIMAS
PARA ALIMENTOS, PRODUCTOS DE PERFUMERIA Y BELLEZA. COLORANTES Y PIGMENTOS INORGANICOS.
ESPECIFICACIONES SANITARIAS" Y NOM-119-SSA1-1994, "BIENES Y SERVICIOS. MATERIAS PRIMAS PARA
ALIMENTOS, PRODUCTOS DE PERFUMERIA Y BELLEZA. COLORANTES ORGANICOS NATURALES.
ESPECIFICACIONES SANITARIAS", PUBLICADAS EN EL
DIARIO OFICIAL DE LA FEDERACION LOS DIAS 7 DE FEBRERO, 20 DE SEPTIEMBRE Y
20 DE OCTUBRE DE 1995, RESPECTIVAMENTE**

PRIMERO.- Se cancela la Norma Oficial Mexicana NOM-038-SSA1-1993, "Bienes y servicios. Colorantes orgánicos sintéticos. Especificaciones sanitarias generales", publicada en el Diario Oficial de la Federación el 7 de febrero de 1995.

SEGUNDO.- Se cancela la Norma Oficial Mexicana NOM-118-SSA1-1994, "Bienes y servicios. Materias primas para alimentos. Productos de perfumería y belleza. Colorantes y pigmentos inorgánicos. Especificaciones sanitarias" publicada en el Diario Oficial de la Federación el día 20 de septiembre de 1995.

TERCERO.- Se cancela la Norma Oficial Mexicana NOM-119-SSA1-1994, "Bienes y servicios. Materias primas para alimentos. Productos de perfumería y belleza. Colorantes orgánicos naturales. Especificaciones sanitarias", publicada en el Diario Oficial de la Federación el 20 de octubre de 1995.

TRANSITORIO

Unico.- El presente Aviso entrará en vigor al día siguiente de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**.

México, Distrito Federal, a los diez días del mes de agosto de dos mil cuatro.- El Comisionado Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, **Ernesto Enríquez Rubio**.- Rúbrica.