

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
1407-79**

**ALIMENTOS.
DETERMINACION DE MERCURIO.**



TRAMITE

COMITE: CT10 ALIMENTOS
PRESIDENTE: Dr. Alvaro Llopis.
SECRETARIO: Ing. Milagros Diaz.

SUBCOMITE 2: ADITIVOS Y CONTAMINANTES
COORDINADORES: Lic. Marisela Seijas.
Lic. Omaira Guaita.

PARTICIPANTES

<u>ENTIDAD</u>	<u>REPRESENTANTES</u>
CENTRO DE INVESTIGACIONES FARMACEUTICAS Y ALIMENTARIAS (CEIFA)	Rosario de Leal.
UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA FACULTAD DE FARMACIA FACULTAD DE CIENCIAS FACULTAD DE AGRONOMIA	Fernando Asuaje. Diego Piña. Juan Carlos Cipolletti. José Cegarra.
MINISTERIO DE SANIDAD Y ASISTENCIA SOCIAL	Ofelia Herrera.
INSTITUTO VENEZOLANO DE LOS SEGUROS SOCIALES DIVISION DE MEDICINA DEL TRABAJO (I.V.S.S.)	Berenice Chandler de Gar
CAMARA VENEZOLANA DE LA INDUSTRIA DE ALIMENTOS (CAVIDEA)	Ingrid Esaá.
ESPECIALIDADES ALIMENTICIAS S.A. (ESPALSA)	Elvira Bukowski. Alfredo Meyer.
MINISTERIO DE AGRICULTURA Y CRIA	Mario Rojas.
PROAGRO C.A.	Reinaldo Lagonell.
CENTRAL EL PALMAR	Antonio Requena.
ASOCIACION DE INDUSTRIALES DE LECHE EN POLVO	Claudio González.
UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR	Odoardo Brito.
PURINA DE VENEZUELA C.A.	Alfredo De Andrea.

ENTIDAD

REPRESENTANTE

PROTINAL C.A. VALENCIA

Neptalí Boyer.

INDUSTRIA LACTEA VENEZOLANA C.A.

Mercedes de Marún.

TECNI = ALIMENTOS

Orlando Guédez.

VENEZOLANA DE ALIMENTOS C.A.

José Félix Chávez.

DISCUSION PUBLICA:

FECHA DE ENVIO: 09-10-78

DURACION: 60 días.

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 16-05-79

FECHA DE APROBACION POR COVENIN: 14-08-79

NORMA VENEZOLANA

COVENIN

ALIMENTOS

1407-79

DETERMINACION DE MERCURIO

1 ALCANCE

Esta norma contempla el método de ensayo para la determinación de mercurio en alimentos por espectrofotometría de absorción atómica.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta norma es completa

3 PRINCIPIO DE ENSAYO

El método se basa en la destrucción de la materia orgánica por vía húmeda en presencia de agentes oxidantes, reducción del exceso de los agentes oxidantes con sulfato de hidroxilamina, reducción del mercurio con cloruro estannoso y determinación posterior del mercurio por espectrofotometría de absorción atómica sin llama.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

4.1.1 Espectrofotómetro de absorción atómica, con

4.1.1.1. Lámpara catódica de mercurio.

4.1.1.2 Longitud de onda: 253,7 nm o la óptima para el equipo.

4.1.2 Equipo complementario (figura 1) formado por:

4.1.2.1 Celda de absorción de 25 mm de diámetro interno y 115 mm de longitud con ventanillas de cuarzo. (ver figura 1)

4.1.2.2 Bomba generadora de aire, cuyas paredes y partes internas estén recubiertas con un baño acrílico de tipo plástico.

4.1.2.3 Condensador de reflujo de 12 a 18 mm de diámetro y 400 mm de longitud con unión J 24/40.

4.1.2.4 Dispositivo ajustado para permitir la entrada de gas, con unión J 24/40.

4.1.2.5 Kitasato de 125 ml.

4.1.2.6 Tuberías de teflón apropiadas para hacer las conexiones.

4.1.2.7 Matraz de 250 ml con unión J 24/40.

4.1.3 Manta de calentamiento, con temperatura regulable.

4.1.4 Balanza analítica, con precisión de 0,1 mg.

4.2 MATERIAL AUXILIAR

4.2.1 Pipetas volumétricas, de 1,5 y 10 ml.

4.2.2 Vasos de precipitado, de 50 y 100 ml.

4.2.3 Bureta, de 50 ml.

4.2.4 Cilindros Graduados de 100 y 500 ml.

4.2.5 Matraces aforados, de 100, 500 y 1000 ml.

4.2.6 Perlas de ebullición, de 6 a 8 mm.

NOTA:

El material de vidrio a utilizar debe ser de borosilicato.

4.3 REACTIVOS

4.3.1 Acido sulfúrico, (H_2SO_4) ($d= 1,84$ g/ml) para análisis.

4.3.1.1 Soluciones de ácido sulfúrico, (H_2SO_4) 18 N y 1N respectivamente.

4.3.2 Cloruro de sodio, (NaCl) para análisis.

4.3.3 Acido nítrico, (HNO_3) ($d= 1,42$ g/ml) para análisis.

4.3.3.1 Solución de ácido nítrico 7 N

4.3.4 Sulfato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH} - 1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$) para análisis.

4.3.5 Cloruro Estannoso (Sn Cl_2) para análisis.

4.3.6 Cloruro de mercurio (Hg Cl_2) para análisis.

4.3.7 Acido perclórico (HClO_4) para análisis.

4.3.8 Perclorato de magnesio ($\text{Mg} (\text{ClO}_4)_2$) para análisis.

4.3.9 Molibdato de sodio ($\text{Na}_2 \text{MoO}_4$) para análisis.

4.3.9.1 Solución de molibdato de sodio al 2 % :

Se pesan 2 g de molibdato de sodio, se transfieren a un matraz aforado de 100 ml, se disuelven con agua destilada y se lleva a volúmen.

4.3.10 Mezcla Acido nítrico - Acido perclórico (1 + 1).

4.3.11 Solución reductora.

Se mezclan 50 ml de ácido sulfúrico con 300 ml de agua bidestilada, se enfría la mezcla a temperatura ambiente y se le añaden 15 g de cloruro de sodio (4.3.2), 15 g de sulfato de hidroxilamina (4.3.4) y 25 g de cloruro estannoso (4.3.5). Se diluye con agua bidestilada.

4.3.12 Solución diluyente. En un matraz aforado de 1000 ml, que contenga de 300 a 500 ml de agua bidestilada, se añaden 58 ml de ácido nítrico (4.3.3) y 62 ml de ácido sulfúrico (4.3.1) y se lleva a volúmen con agua bidestilada a temperatura ambiente.

4.3.13 Solución patrón de mercurio ($1000 \mu\text{g/ml}$).

Se pesan exactamente 0,1354 g de HgCl_2 y se disuelven con cantidad suficiente de H_2SO_4 1 N en un matraz aforado de 100 ml, llevándose hasta el aforo a 20 °C con el mismo ácido.

4.3.14 Solución de trabajo ($1 \mu\text{g/ml}$)

En un matraz aforado de 1000 ml, se diluye 1 ml de la solución patrón (4.3.13) con una cantidad suficiente de solución de ácido sulfúrico 1 N hasta el aforo a 20 °C, preparándose diariamente.

4.3.15 Mezcla sulfocrómica. Se disuelven 110 g de dicromato de potasio en 500 ml de agua destilada con ayuda de calor. Se coloca en un baño refrigerado y se agregan lentamente y con agitación 250 ml de ácido sulfúrico concentrado.

5 MATERIAL A ENSAYAR

5.1 El material a ensayar consiste en una muestra representativa del alimento, de la cual se toma una muestra de ensayo de 5g.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 LAVADO DEL MATERIAL DE VIDRIO

6.1.2 Inmediatamente antes y después de ser usado se lava el material de vidrio con una solución de detergentes y luego con agua caliente.

6.1.3 Se repite el lavado con mezcla sulfocrómica (4.3.14), dejando en cada útil aproximadamente de 1 a 2 ml de esta mezcla para remover las últimas trazas de grasa. Luego se lava con agua caliente.

6.1.4 Por último se lava con una solución de ácido nítrico (1 + 1) y agua corriente, finalizando con agua destilada y bidestilada.

6.1.5 Para desecar se coloca en una estufa a 105°C.

6.2 PREPARACION DE LA MUESTRA

6.2.1 Se pesa la muestra para ensayo y se coloca en un matraz de 250 ml (4.1.2.7). Se añaden 25 ml de ácido sulfúrico 18N, 20 ml de ácido nítrico 7N, 4 ml de molibdato de sodio al 2% y de 5 a 6 perlas de ebullición.

6.2.2 Se conecta el matraz al condensador y se aplica calor durante 1 hora. (Se hace circular agua a través del condensador durante la digestión).

6.2.3 Se retira la fuente de calor y se deja reposar con el condensador durante 15 minutos.

6.2.4 Se añaden 20 ml de la mezcla de ácido nítrico-ácido perclórico (1 + 1) a través del condensador y se corta el agua circulante.

6.2.5 Se lleva a ebullición fuerte hasta la aparición del humo blanco en el frasco y se continuará calentando durante 10 minutos.

NOTA: Este paso debe hacerse bajo campana.

6.2.6 Se enfría y se añaden con precaución 10 ml de agua bidestilada a través del condensador mientras se realiza un movimiento rotatorio del matraz. Se calienta de nuevo la solución durante 10 minutos, se retira del calor y se lava el condensador con 3 porciones de 15 ml de agua bidestilada.

6.2.7 Se enfría la solución a temperatura ambiente y se transfiere con agua bidestilada la muestra digerida a un frasco volúmetrico de 100 ml. Se lleva a volumen.

6.3 DETERMINACION

6.3.1 Se transfieren alícuotas de 25 ml de la muestra a matraces aforados de 250 ml y se agregan 75 ml de solución diluyente (4.3.11)

6.3.2 Se conecta el aparato como se indica en la figura 1, a excepción del dispositivo que permite la entrada de gas.

6.3.3 Se ajusta la salida de la bomba a 2 litros de aire/minuto aproximadamente, regulando la velocidad de la bomba con un transformador variable.

6.3.4 Con la bomba trabajando y el espectrofotómetro en cero se agregan 20 ml de la solución reductora (4.3.10) al matraz que contiene la alícuota.

6.3.5 Inmediatamente se conecta el dispositivo ajustado que permite la entrada de gas y se airea aproximadamente por 3 minutos. (El tiempo de aireación debe ser ajustado para obtener un máximo de absorbancia).

6.3.6 Se anota la lectura de la absorbancia, se desconecta la presión en la salida de la bomba y se abre la válvula del kitasato para dejar purgar el sistema.

6.4 CURVA PATRON

6.4.1 A una serie de matraces de 250 ml (4.1.2.7), se transfieren 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5 y 2,0 ml de solución de trabajo (4,3.14) que corresponden a 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; y 2,0 μg de mercurio respectivamente. A cada matraz se le añaden 100 ml de la solución diluyente (4.3.12).

6.4.2 Se continúa el procedimiento como se indica en 6.3.2 hasta 6.3.6.

6.4.3 Se elabora una curva de trabajo de los patrones leídos previamente restados del blanco de reactivos (absorbancia contra concentración).

6.4.4 Se determina la concentración de la muestra directamente de la curva.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 El contenido de mercurio de la muestra se calcula mediante la siguiente expresión:

$$\text{p.p.m de Hg} = \frac{C}{P_i}$$

donde:

C = microgramos de mercurio presentes en la muestra, obtenidos a partir de la curva

P_i = Peso de la muestra inicial, en gramos.

7.2 El resultado final se expresa en mg/kg.

8 RELACION CON OTRAS NORMAS

8.1 A.O.A.C. (1975) Association of Official Analytical Chemist
Official Methods of Analysis Washington D.C
Twelfth Edition 25.103 pp 451.

THE FOLLOWING METHODS ARE FOUND
IN THE A.O.A.C. OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS, 12TH EDITION
1975



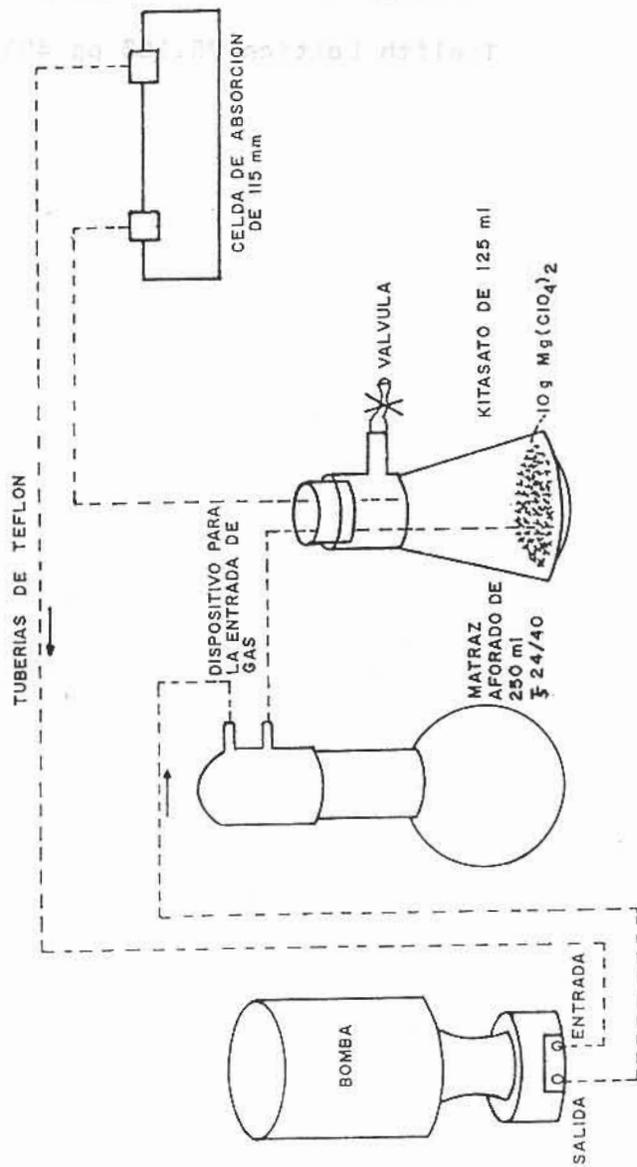


FIG.1.

EQUIPO COMPLEMENTARIO PARA DETERMINAR MERCURIO POR ESPECTROFOTOMETRIA SIN LLAMA

COVENIN
1407-79

CATEGORIA
C

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12

Tel. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12

CARACAS

publicación de:



CDU: 641 : 546.48 :
543.42

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS .
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.