

NMX-Y-310-SCFI-2008

**PRODUCTOS PARA CONSUMO ANIMAL -
DETERMINACIÓN DE MINERALES TRAZA -
MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO DE
ABSORCIÓN ATÓMICA POR FLAMA.**

**ANIMAL FEED PRODUCTS - TRACE MINERALS
DETERMINATION - FLAME ATOMIC
ABSORPTION ANALYSIS.**

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- AGRIBRANDS PURINA MÉXICO, S.A. DE C.V.
- ALBAMEX, S.A. DE C. V.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA PESQUERA.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE LA TRANSFORMACIÓN.
-Sección 49, Fabricantes de alimentos balanceados para animales.
- CENTRO DE CONTROL AGROINDUSTRIAL, S.A.
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE ALIMENTOS
BALANCEADOS PARA ANIMALES.
- EURONUTEC, S. A. DE C. V.
- INSTITUTO NACIONAL DE LA PESCA.
- INVESTIGACIÓN APLICADA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE CONSTATACIÓN AGROINDUSTRIAL, S.A. DE
C.V.
- LA HACIENDA, S.A. DE C.V.
- MALTA TEXO DE MÉXICO, S.A. DE C.V.
- NUTRIQUIM, S.A. DE C. V.
- PILGRIM´S PRIDE, S.A. DE C. V.
- SECRETARÍA DE AGRICULTURA, GANADERÍA Y DESARROLLO
RURAL, PESCA Y ALIMENTACIÓN.
- SECRETARÍA DE ECONOMÍA.
Dirección General de Normas

Número de capítulo		Página
1	Objetivo	1
2	Campo de aplicación	1
3	Fundamento	1
4	Material y Equipo	2
5	Reactivos	2
6	Procedimiento	3
7	Cálculos	7
8	Bibliografía	8
	Apéndice informativo	8
9	Concordancia con normas internacionales	10
10	Vigencia	10

**PRODUCTOS PARA CONSUMO ANIMAL -
DETERMINACIÓN DE MINERALES TRAZA -
MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO DE
ABSORCIÓN ATÓMICA POR FLAMA.**

**ANIMAL FEED PRODUCTS - TRACE MINERALS
DETERMINATION - FLAME ATOMIC
ABSORPTION ANALYSIS.**

1 OBJETIVO

Esta norma establece el método espectrofotométrico de absorción atómica para la determinación de minerales traza presentes en una proporción que varía desde 0,1 ppm en diversos productos minerales y alimentos para consumo animal.

2 CAMPO DE APLICACIÓN

Se aplica en la determinación de Aluminio, Antimonio, Cadmio, Calcio, Cobalto, Cobre, Cromo, Estaño, Fierro, Magnesio, Manganeso, Molibdeno, Plomo, Potasio y Zinc.

También se contempla el procedimiento con utilización de vapor frío o generación de hidruros para la determinación de Arsénico, Mercurio y Selenio.

3 FUNDAMENTO

Este método se basa en la medición de la cantidad de luz monocromática absorbida por el elemento atomizado a determinarse en una flama, por medio de un detector, siendo la energía absorbida proporcional a la concentración del elemento y calculada por comparación con una curva de calibración.

4 MATERIAL Y EQUIPO

- Espectrofotómetro de absorción atómica;
- Balanza analítica con exactitud de 0,0001g;
- Placa de calentamiento;
- Generador de hidruros;
- Mufla;
- Bomba de vacío;
- Campana de extracción de vapores;
- Vasos de precipitados de 250 ml;
- Cápsula de porcelana;
- Crisol de porcelana;
- Crisol gooch;
- Vidrios de reloj;
- Matraces volumétricos de 10 ml, 25 ml;
- Pipetas volumétricas de 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml y 10ml;
- Embudos de vidrio;
- Papel filtro poro medio;
- Papel filtro poro fino;
- Matraz quitasato de 500 ml;
- Embudo buchner, y
- Matraz Erlenmeyer de 125 ml y 250 ml.

5 REACTIVOS

- Ácido nítrico al 10% (V/V).- Tomar 100 ml de ácido nítrico concentrado y llevar a un litro de agua;
- Ácido nítrico al 20% (V/V).- Tomar 20 ml de ácido nítrico concentrado y llevar a 100ml;
- Ácido clorhídrico 6 N.- Tomar 300 ml de agua hacia un matraz volumétrico de un litro. Adicionar 495 ml de ácido clorhídrico concentrado y diluir al aforo con agua;
- Ácido perclórico concentrado;
- Ácido sulfúrico concentrado;
- Ácido nítrico concentrado;
- Peróxido de hidrógeno al 30 %;
- Boro hidruro de sodio al 3 % en hidróxido de sodio al 1%. En un matraz volumétrico de 250 ml adicionar 50 ml de agua y 2,5 g de hidróxido de sodio, disolver y llevar al aforo;
- Aire, el cual debe pasarse a través de un filtro para eliminar agua, aceite y otras sustancias extrañas;

- Acetileno (C_2H_2) grado AA;
- Oxido nitroso (N_2O) grado AA, y
- Gas utilizado en la determinación con generador de hidruros.

6 PROCEDIMIENTO

Acondicionamiento:

- Para pre mezclas minerales y sales moler de tal manera que la muestra molida pase el 100% a través de una malla número 30 Tyler.
- Para muestras de alimentos y materia prima moler de tal manera que la muestra molida pase el 100% a través de una malla número 24 Tyler.

Preparación:

Pre mezclas y sales:

Este procedimiento de preparación se aplica para todos los elementos a analizar incluyendo los que se detectan por el sistema de generador de hidruros:

- Pesar la muestra en balanza analítica de 1 a 3 g en vaso de precipitados de 250 ml o en matraz Erlenmeyer de 250 ml;
- Adicionar 10 ml de ácido nítrico al 20%;
- Adicionar 30 ml de ácido clorhídrico 6 N;
- Cubrir el vaso de precipitado con un vidrio de reloj;
- Digerir sobre placa de calentamiento a temperatura moderada para evitar proyecciones hasta obtener aproximadamente la mitad del volumen original;
- Dejar enfriar y lavar con agua el vidrio de reloj hacia el vaso y enjuagar las paredes, y
- Pasar al matraz volumétrico de 100 ml a través de un embudo con papel filtro de porosidad media y aforar con agua.

Para alimentos y materia prima:

Para elementos que no requieren generador de hidruros:

- Pesar en balanza analítica de 1 a 3 g de muestra en un crisol.
- Calcinar la muestra a 600°C durante dos horas en mufla. De ser necesario debido a las características de la muestra quemarla previamente con mechero o placa de calentamiento a baja temperatura.
- Dejar enfriar y transferir las cenizas a un vaso de precipitados de 250 ml lavando el crisol con 2 a 3 ml del ácido clorhídrico 6N si quedan partículas adheridas.
- Adicionar al crisol 10 ml de ácido clorhídrico 6N para lavarlo pasándolo al vaso de precipitados.
- Adicionar 20 ml de ácido clorhídrico 6 N al vaso de precipitados.
- Cubrir con vidrio de reloj.
- Calentar en placa a temperatura media hasta consumir a un volumen aproximadamente la mitad del original.
- Dejar enfriar y lavar con agua el vidrio de reloj hacia el vaso y enjuagar las paredes.
- Transferir a un matraz volumétrico de 100 ml a través de un embudo con papel filtro de porosidad media.
- Aforar con agua.

Para elementos que requieren generador de hidruros:

- Pesar de 1 a 3 g de muestra en matraz Erlenmeyer de 125 ml.
- Colocar el matraz inclinado con un ángulo de 45° y agregar suficiente cantidad de una mezcla de ácido sulfúrico y ácido nítrico 8:10, para humedecer completamente la muestra. Si se produce mucha espuma cambiar el matraz por uno de 250 ml.
- Calentar suavemente hasta que la reacción disminuya, agregar porciones adicionales de la misma mezcla de ácidos.
- Calentar después de cada adición hasta un total de 18 ml.
- Incrementar de forma gradual la temperatura hasta que la solución sea oscura.
- Dejar enfriar y agregar 2 ml de ácido nítrico concentrado, dejando calentar hasta que la solución nuevamente se oscurezca.
- Continuar el calentamiento y hacer una nueva adición de 2 ml de ácido nítrico hasta que ya no se presenten más oscurecimientos.
- Calentar hasta que se produzcan vapores blancos.
- Dejar enfriar y agregar cuidadosamente 3 ml de agua.

- Hervir suavemente hasta la formación de vapores blancos y continuar el calentamiento hasta que el volumen se haya reducido a unos cuantos mililitros.
- Dejar enfriar y agregar 5 ml de agua.
- Examinar el color de la solución, si es amarillo añadir con cuidado 1 ml de peróxido de Hidrógeno al 30%.
- Evaporar nuevamente hasta un color amarillo.
- Añadir 5 ml de agua y 1 ml de peróxido de Hidrógeno al 30%.
- Si el color amarillo persiste repetir nuevamente el procedimiento anterior hasta una completa clarificación.
- Dejar enfriar, transferir a un matraz volumétrico de 50 ml y aforar con agua.

Nota: Para todos los puntos anteriores deberá prepararse un blanco el cual se tratará de igual manera que la muestra en estudio.

Determinación de minerales traza:

Para cada elemento que se desee cuantificar, es necesario elaborar una curva de calibración a partir de la lectura de absorbancia producida por una determinada concentración del elemento, en diluciones obtenidas a partir de una solución patrón.

Preparación de la curva de calibración:

A partir de la solución patrón para cada elemento preparar de 3 a 5 diluciones (soluciones de calibración) que cubran un rango de concentración tal que produzca en el espectrofotómetro de absorción atómica una absorbancia de 0,1 a 1, dependiendo del rango de concentración esperado en la muestra.

Preparación del equipo:

Comercialmente existen diversos modelos de equipos y cada uno varía en sus requisitos de fuente de luz, velocidad y flujo del registrador y sensibilidad del detector. El operador debe familiarizarse con los ajustes y procedimientos de operación del propio equipo. Como una guía se presentan los parámetros de operación del equipo para cada metal considerado en esta norma.

TABLA 1

Elemento	Longitud de onda (nm)	Tipo de flama
-----------------	------------------------------	----------------------

Aluminio	309,3	N-AC
Antimonio	217,6	A-AC
Cadmio	228,8	A-AC
Calcio	422,7	N-AC
Calcio	422,7	A-AC
Cobalto	240,7	A-AC
Cobre	324,8	A-AC
Cromo	357,9	A-AC
Estaño	286,3	A-AC
Fierro	248,3	A-AC
Magnesio	285,2	A-AC
Manganeso	279,5	A-AC
Molibdeno	313,3	N-AC
Plomo	283,3	A-AC
Potasio	766,5	A-AC
Sodio	589,0	A-AC
Zinc	213,9	A-AC
Arsénico	193,7	A-AC
Mercurio	253,7	A-AC
Selenio	196,0	A-AC

NOTA: A-AC es la flama aire-acetileno.
N-AC es la flama óxido nitroso-acetileno.

Generador de hidruros:

Las condiciones de operación de este equipo adicional están dadas por el manual de equipo. Los parámetros de operación para los elementos que requieren de generación de hidruros se presentan en la tabla 1.

Operación.

Prender el equipo, seleccionar la fuente de emisión (lámpara), ajustar los parámetros de operación, abrir las válvulas de los gases de combustión y poner el quemador en ignición. Aspirar agua hasta obtener un equilibrio térmico y ajustar el sistema de lectura a una absorbancia cero (100% de transmitancia) mientras se aspira una solución referencia (blanco de reactivos). Aspirar posteriormente las soluciones de calibración alternado con agua o un solvente similar a mediciones tres veces y promediar las lecturas de absorbancia para cada solución de calibración.

Preparación de la curva de calibración.

Elaborar una gráfica colocando en el eje de las abscisas la concentración en partes por millón (ppm) del elemento y en el eje de las ordenadas la absorbancia. Con los valores de absorbancia obtenidas para cada solución de calibración, elaborar la curva patrón de cada elemento.

Determinación de minerales traza en muestras.

Seguir el mismo procedimiento de operación del equipo utilizado para determinar la absorbancia de las soluciones de calibración. Alimentar la solución de la muestra preparada, registrar la lectura de absorbancia, enjuagar el sistema con agua y repetir la medición tres veces. Al valor promedio obtenido de las mediciones restar la absorbancia de la solución de referencia (blanco de reactivos). El valor resultante corresponde a la absorbancia de la concentración del elemento analizado.

7 CÁLCULOS

Con el valor de absorbancia obtenido buscar la intersección de la curva con el eje de las abscisas (concentración en ppm) para obtener la concentración del elemento en la solución de prueba.

La determinación de los metales se expresa en términos de mg/L (ppm) y la concentración se calcula mediante la siguiente expresión:

$$\text{ppm del elemento} = \frac{A \times F}{m}$$

Donde:

- A Es la concentración del elemento leído en partes por millón (ppm);
- F Es el factor de dilución, y
- M Es la masa en gramos (g) de la muestra.

$$F = \frac{D_i \times D_f}{V}$$

Donde:

Di	es el volumen de la dilución original en centímetros cúbicos (cm^3);
Df	es el volumen de la dilución final en centímetros cúbicos (cm^3);
V	es el volumen de la alícuota en centímetros cúbicos (cm^3), y
F	es el factor de dilución.

8 BIBLIOGRAFÍA

NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.

Association of official Analytical Chemists, 2000. Official methods of Analysis, 17^a. Ed, Secs. 955.06, 965.09 968.08, 971.01, 974.10, 976.01, 980.01, 983.02, 983.04, 984.01.

American Standard for Testing Materials, ASTM 663-78 PP 560-565.

APÉNDICE INFORMATIVO A

Recomendaciones:

- A.1 En el análisis por Absorción Atómica es indispensable las buenas prácticas de laboratorio esto es, la limpieza del material con EXTRAN o algún otro detergente para material de laboratorio y sobre todo el enjuague debe realizarse suficientemente con agua corriente y después con agua destilada, porque el agua corriente es una gran fuente de error en este tipo de análisis, principalmente cuando se analiza sodio, potasio, calcio y magnesio.
- A.2 NUNCA se debe pipetear directamente de los estándares, lo más recomendable es vaciar a un vaso pequeño la cantidad mínima suficiente de la solución requerida, recordando que el sobrante JAMAS se debe regresar al frasco de estándar.
- A.3 Cuando se toman alícuotas con pipetas volumétricas lo más recomendable es que estén secas, de no estarlo será necesario drenar una pipeta llena de la misma solución, además de secar

por fuera la pipeta antes de descargar en el matraz. Este líquido remanente también es fuente de error.

- A.4 Tanto los estándares como las muestras preparadas, que se requieren analizar varios días después, se deben guardar en frascos de plástico (PP, HDPE).
- A.5 Los estándares de concentraciones menores de 1 ppm se deben preparar frecuentemente y guardarse preferentemente en refrigeración (una vez a la semana o el mismo día).
- A.6 Todas las concentraciones de una curva deben ser del mismo día de preparación.
- A.7 En la optimización de la señal, se hace un primer ajuste visual del quemador con la tarjeta indicadora, después se debe realizar un segundo ajuste con el estándar y verificar altura, profundidad y rotación del mismo, hasta obtener la señal máxima.
- A.8 Es indispensable correr un blanco de reactivos y leer en la misma dilución de las muestras y restarlo de la lectura de las muestras, sobre todo en elementos como el sodio, potasio, calcio y magnesio.
- A.9 Como parte del mantenimiento del equipo es necesario dejar correr agua destilada como mínimo 50 ml por 10 min antes de apagar la flama. Esto nos ayudará a evitar la corrosión del quemador y limpiar el sistema de nebulización.
- A.10 El mantenimiento de rutina semanal o mensual (según se requiera) debe incluir la limpieza del nebulizador, cámara de aspersion, trampa de líquidos y quemador.

9 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

10 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

México, D. F. a

**DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**

MRM/FLL/JVG/OMF/LLE