

NMX-F-026-SCFI-2008

**ALIMENTOS-GRASAS VEGETALES O ANIMALES –
DETERMINACIÓN DE CONTENIDO DE
METALES (Cromo, cobre, fierro, níquel y
manganeso) –
MÉTODO DE PRUEBA**

**FOODS-VEGETABLE OR ANIMAL FATS –
METALS CONTENT DETERMINATION
(Chromium, copper, iron, nickel and manganese) -
TEST METHOD**

P R E F A C I O

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

- ASOCIACION NACIONAL DE INDUSTRIALES DE ACEITES Y MANTECAS COMESTIBLES, A.C.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES, A.C.
- CÁMARA DE ACEITES Y PROTEÍNAS DE OCCIDENTE, A.C.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES, GRASAS, JABONES Y DETERGENTES, A.C.
- CARGILL DE MÉXICO, S.A. DE C.V.
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA-DIRECCIÓN DE METROLOGÍA DE MATERIALES
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES Y SIMILARES
- CORAL INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL PATRONA, S.A. DE C.V.
- LACTEOS FINOS DE CALIDAD, S.A. DE C.V.
- PROCURADURÍA FEDERAL DEL CONSUMIDOR
- RAGASA INDUSTRIAS, S.A. DE C.V.
- SECRETARÍA DE SALUD – COMISIÓN FEDERAL PARA LA PROTECCIÓN CONTRA RIESGOS SANITARIOS
- TRON HERMANOS, S.A. DE C.V.

**ALIMENTOS-GRASAS VEGETALES O ANIMALES-
DETERMINACIÓN DE CONTENIDO DE
METALES (Cromo, cobre, hierro, níquel y
manganeso) – MÉTODO DE PRUEBA**

**FOODS – VEGETABLE OR ANIMAL FATS – METALS
CONTENT DETERMINATION (Chromium,
copper, iron, nickel and manganese) -
TEST METHOD**

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma establece el procedimiento de prueba para la determinación del contenido de metales en aceites y grasas vegetales o animales crudas o refinadas que puedan contener trazas de metales que pueden estar presentes en la forma de compuestos metálicos solubles.

2 DEFINICIÓN

Los aceites y grasas vegetales o animales disueltos en metil isobutil cetona (**MIBC**) o **MIBC** + **HNO₃** se analizan para medir los analitos en un espectrofotómetro de absorción atómica con sistema de atomización por horno de grafito. La calibración analítica se lleva a cabo con la utilización de disoluciones calibrantes de compuestos organometálicos que se disuelven previamente en **MIBC** o **MIBC** + **HNO₃**.

3 APARATOS

3.1 Espectrofotómetro de absorción atómica – con corrección de fondo tipo Zeeman o Smith-Hieftje, equipado con sistema de horno de grafito y lámparas de cátodo hueco o de descarga sin electrodos apropiadas.

3.2 Desecador al vacío – que contenga un desecante *fresco*.

3.3 Frascos de pesado –10—15 mL capacidad.

3.4 Parrilla caliente – con control de temperatura por reóstato.

3.5 Estufa.

3.6 Vasos de precipitados de 25 y 100 ml

- 3.7** Pipetas – graduadas para dispensar 5, 10 y 20 mL.
3.8 Micro pipeta de volumen variable de 5 a 50 µL, con puntas desechables.
3.9 Balanza analítica –200 g capacidad con sensibilidad de ± 0.0001 g

4 REACTIVOS

- 4.1** Disoluciones calibrantes de compuestos organometálicos, certificados por National Institute of Standards and Technology (NIST); Conostan (Conoco -Ponca City, OK), o equivalente.
- (a) tris (1-fenil-1,3-butanodiono) chromium III.
 - (b) bis (1-fenil-1,3-butanodiono) cobre II.
 - (c) tris(1-fenil-1,3 butanodiono)hierro III.
 - (d) Ciclohexanobutirato de níquel.
 - (e) Ciclohexano butirato de manganeso.
- 4.2** 4-metil-2pentanona, **MIBC**)—grado reactivo (vea Notas, *Precaución 12.1*).
- 4.3** Xileno—grado reactivo (vea Notas, *Precaución 12.2*).
- 4.4** Acido 2-Etilhexanóico - grado reactivo
- 4.5** 2-etil hexil amina—grado reactivo.
- 4.6** Acido nítrico para análisis de metales traza.(vea Notas, *Precaución 12.3*)

5 PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES CALIBRANTES

5.1 Disolución calibrante de cromo de 100 µg/mL Seque aproximadamente 2 g de 4.1 (a), por una hora a 110°C . Pese 103,1 mg en un vaso de precipitado de 25mL, agregue 5 mL de xileno y 5 mL de ácido 2 etil hexanóico y caliente ligeramente sobre una parrilla de calentamiento sin que haya reflujo, aplique agitación circular lenta hasta que se disuelva la sal. Enfríe a temperatura ambiente. Transfiera la solución a un matraz volumétrico de 100 mL., enjuagando el matraz con 5 porciones de 10mL de **MIBC** y lleve a un volumen final de 100 mL, y homogenice. Esta disolución deberá ser estable por lo menos 6 meses, conservada en condiciones de temperatura (20 ± 2°C) y humedad controladas y llevando a cabo un monitoreo de la misma que respalde la estabilidad.

5.2 Disolución calibrante de cobre de 100 µg/mL. Seque aproximadamente 0,3g de 4,1(b) por 30 minutos a 110°C . Pese 60,6 mg en un vaso precipitado de 25mL, agregue 4mL de xileno y 4mL de etil hexil

amina y caliente ligeramente sobre una parrilla de calentamiento sin que haya reflujo, aplique agitación circular lenta hasta que se disuelva la sal. Enfríe a temperatura ambiente. Transfiera la disolución a un matraz volumétrico de 100 mL, enjuagando el matraz con 5 porciones de 10mL de **MIBC** y lleve a un volumen final de 100 mL y homogenice. Esta disolución deberá ser estable por lo menos 6 meses, conservada en condiciones de temperatura ($20 \pm 2^{\circ}\text{C}$) y humedad controladas y llevando a cabo un monitoreo de la misma que respalde la estabilidad.

5.3 Disolución calibrante de hierro de $100 \mu\text{g/mL}$ ---Seque aproximadamente 0,2g de 4.1(c) por una hora a 110°C . Pese 97,1 mg en un vaso de precipitado de 25mL., agregue 5 mL de xileno y 5mL de ácido 2 etilhexanóico y caliente ligeramente sobre una parrilla de calentamiento sin que haya reflujo, aplique agitación circular lenta hasta que se disuelva la sal. Enfríe a temperatura ambiente. Transfiera la disolución a un matraz volumétrico de 100 mL., enjuagando el matraz con 5 porciones de 10mL de **MIBC** y lleve a un volumen final de 100 mL y homogenice. Esta disolución deberá ser estable por lo menos 6 meses, conservada en condiciones de temperatura ($20 \pm 2^{\circ}\text{C}$) y humedad controladas y llevando a cabo un monitoreo de la misma que respalde la estabilidad.

5.4 Disolución calibrante de níquel de $100 \mu\text{g/mL}$ –Seque aproximadamente 0,15g de 4.1(d) por unas 48 horas sobre un desecante apropiado fresco. Inmediatamente pese 67,6 mg en un vaso de precipitado de 25mL, agregue 5mL de xileno y 5 mL de ácido 2 etil hexanóico y caliente ligeramente sobre una parrilla de calentamiento sin que haya reflujo, aplique agitación circular lenta hasta que se disuelva la sal. Enfríe a temperatura ambiente. Transfiera la disolución a un matraz volumétrico de 100 mL enjuagando el matraz con 5 porciones de 10mL de **MIBC** y lleve a un volumen final de 100 mL y homogenice. Esta disolución deberá ser estable por lo menos 6 meses conservada en condiciones de temperatura ($20 \pm 2^{\circ}\text{C}$) y humedad controladas y llevando a cabo un monitoreo de la misma que respalde la estabilidad.

5.5 Disolución calibrante de manganeso de $100 \mu\text{g/mL}$. Seque aproximadamente 0,15g de 4.1 (e) por 48 horas sobre un desecante apropiado fresco. Inmediatamente pese 71,4 mg en un vaso de precipitado de 25mL, agregue 5mL de xileno y 5 mL de ácido 2 etil hexanoico y caliente ligeramente sobre una parrilla de calentamiento sin que haya reflujo, aplique agitación circular lenta hasta que se disuelva la sal. Enfríe a temperatura ambiente. Transfiera la disolución a un matraz volumétrico de 100 mL enjuagando el matraz con 5 porciones de 10mL de **MIBC** y lleve a un volumen final de 100 mL y homogenice. Esta disolución deberá ser

estable por lo menos 6 meses conservada en condiciones de temperatura ($20 \pm 2^{\circ}\text{C}$) y humedad controladas y llevando a cabo un monitoreo de la misma que respalde su estabilidad.

6 SOLUCIONES ESTANDARES DE TRABAJO

6.1 Fe --- Pipetear 10 μL de la disolución calibrante de 100mg/L en un matraz volumétrico de 25 mL. Agregar 15 mL de **MIBC** y 12 gotas de HNO_3 concentrado, agitar rotando el matraz y diluir con **MIBC** a un volumen final de 25 mL y mezcle completamente.

6.2 Cu --- Pipetear 10 μL de la disolución calibrante de 100 mg/L, en un matraz volumétrico de 25 mL. y diluir con **MIBC** a un volumen final de 25 mL y mezcle completamente.

6.3 Ni --- Pipetear 10 μL de la disolución calibrante 100 mg/L, en un matraz volumétrico de 25 mL y diluir con **MIBC** a un volumen final de 25 mL y mezclar completamente.

6.4 Mn --- Pipetear 10 μL de la disolución calibrante de 100 mg/L, en un matraz volumétrico de 25 mL y diluir con **MIBC** a un volumen final de 25 mL y mezclar completamente.

6.5 Cr --- Pipetear 10 μL de la disolución calibrante de 100 mg/L en un matraz volumétrico de 25 mL y diluir con **MIBC** a un volumen final de 25 mL y mezclar completamente.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Pesar ($1,0 \pm 0,0001$)g de aceite en un matraz volumétrico de 10 mL., diluir a volumen con el sistema de solvente adecuado que se indica a continuación (vea de **(a)** a **(e)** y mezclar (vea Notas Generales, 13.1)

- a) Fe—**MIBC** + 250 μL HNO_3 conc. /10 mL. **MIBC**
- b) Ni--- **MIBC** + 250 μL HNO_3 conc. /10 mL. **MIBC**
- c) Cu---**MIBC**
- d) Mn---**MIBC**
- e) Cr ---**MIBC**

7.2 Ajustar el instrumento para cada elemento, conforme a lo señalado en el manual de operación del equipo y en su caso, modificar

estas condiciones hasta la obtención de una respuesta óptima. Las siguientes condiciones se sugieren para el horno de grafito:

Etapa	Tiempo	Temperatura
Secado	30 s	100°C
Pirolisis	20 s	800°C
Atomización	20 s	2300°C
Gas argón de purga	5-6 L/min.	

7.3 Instalar la lámpara de cátodo hueco o de descarga sin electrodos correspondiente al elemento a medir. Encender el instrumento. Encender el corrector de fondo. Fijar la corriente recomendada de operación de la lámpara. Fijar la longitud de onda recomendada (ver la Tabla 1), Fijar la abertura de ancho espectral (slit). Permitir que el instrumento se estabilice. Después de que el instrumento se ha estabilizado, alinear la lámpara mediante poner en equilibrio los niveles de energía y del corrector de fondo.

NOTA: Para la medición en horno de grafito es más recomendable la utilización de lámparas de descarga sin electrodos, donde se tengan disponibles).

7.4 Longitudes de onda recomendadas

TABLA 1: Longitudes de onda recomendadas

ELEMENTO	Longitud de onda, nm
Fe	248.3
Cu	324.8
Ni	232.0
Mn	279.5
Cr	357.9

7.5 Registrar las lecturas de absorbancia para la curva de calibración analítica de interés por preparación de una curva de por lo menos cinco puntos.

Por variación del volumen de inyección, una disolución calibrante de trabajo puede usarse para establecer la curva completa.

Inyectar volúmenes de 10, 20, 30, 40, y 50 µL de disolución calibrante en la cual la absorbancia de por lo menos tres mediciones en cada volumen de inyección esté dentro de ± 0.005 unidades de absorbancia, o considerar la desviación estándar relativa de las mediciones.

Para cada volumen de inyección calcular la masa característica en pg del elemento de interés.

Graficar la curva de calibración analítica para el elemento de interés usando la absorbancia promedio como eje de las Y y la concentración en μg como eje de las X. El valor de la regresión obtenido para la curva de calibración debe de ser considerado como un parámetro de control de la medición.

8 ANÁLISIS DE LAS MUESTRAS

8.1 Inyectar 20 μL de la muestra para hacer una prueba de la cantidad óptima. Si el valor de absorbancia excede la absorbancia del punto de mayor concentración de la curva de calibración analítica (intervalo lineal de trabajo), el volumen de inyección de la muestra deberá ser ajustado (vea Notas generales, 13.2). Con tubos de grafito rasurados P – E, los volúmenes de inyección individuales no deben de exceder de 50 μL

8.2 Para muestras con contenidos bajos de los analitos de interés (vea Notas 13.3) se recomienda realizar inyecciones múltiples de la muestra. (vea Notas Generales, 13.4).

9 Repita los pasos del 7.3 al 7.5 en la medición de cada elemento, usando la lámpara y condiciones de acuerdo al manual de operación del equipo (indicadas en la Tabla 7.4).

9 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

$$\text{mg/kg del elemento} = \frac{(1000)(C)(VF)(F)*}{(VI)(MG)}$$

en donde:

C es el metal en mg obtenido de la curva de calibración analítica.

VF es el volumen final del matraz de muestra.

VI es el volumen en mL, de muestra inyectada dentro del horno.

MG es la masa de la muestra en gramos

F es el factor de dilución*,

*donde F es el volumen de dilución del matraz/alícuota usada

*Use el factor de dilución solamente cuando se hace la dilución debido a que la preparación inicial de la muestra está demasiado concentrada.

10 PRECISIÓN

Varios laboratorios participaron en un estudio de colaboración para la aplicación de la técnica de espectrofotometría de absorción atómica con sistema de atomización por horno de grafito.

Los resultados de la desviación estándar relativa de la medición en el intervalo de (0,05-2) mg/L de : cobre, hierro, níquel, cromo y manganeso se presentan a continuación:

concentración de masa	desviación estándar relativa
0,2mg/L	15%
0,1mg/L	30%
0,05mg/L	≥50%

11 NOTAS

Precaución

11.1 La metil isobutil cetona (**MIBC**) es inflamable y un riesgo de fuego peligroso. Sus límites explosivos en el aire son de (1.4 - 7.5)%. Evite la inhalación y la ingestión. La sustancia se absorbe por la piel. Su **TLV** (Toxic Limit Value –Valor de Límite Tóxico) es 50 mg/L en aire.

11.2 El Xileno es flamable y un riesgo de fuego peligroso. El **TLV** es de 100 mg/L en aire.

11.3 Acido nítrico: El uso de una campana de extracción, ropa de protección, lentes de seguridad, guantes y mascarilla se requieren cuando se preparan las disoluciones donde las reacciones entre el disolvente y el soluto son exotérmicas. Se requieren iguales precauciones cuando se diluyen ácidos fuertes, debe evitarse el contacto con la piel y vías respiratorias. Cuando se diluyan los ácidos, siempre agregue el ácido al agua al menos que de otra forma se indique en el método. Si los ácidos llegan a estar en contacto con la piel o en los ojos, lave inmediatamente con gran cantidad de agua.

No almacene ácidos oxidantes (perclórico, nítrico, sulfúrico) cerca de materiales orgánicos con estos ácidos, particularmente el ácido perclórico, porque esto podría dar como resultado una explosión.

12 NOTAS GENERALES

12.1 Lograr una disolución 10% peso/vol. de **MIBC** para los triglicéridos de ácidos grasos C16 y C18 es fácilmente obtenible hasta un índice de yodo de 65-70. Debajo de este índice de yodo, la solubilidad se reduce a aproximadamente 2% peso/vol. para los triglicéridos con un índice de yodo

de 0-10. Las estearinas laúricas, sin embargo, son solubles en **MIBC** a una relación peso/vol. de 7-8%.

12.2 Guía para el intervalo lineal para los elementos de interés:

Fe	2,4 ng
Cu	8,0 ng
Ni	11,0 ng
Mn	2,0 ng
Cr	2,0 ng

12.3 Para una muestra con un inusual contenido bajo de metal o una matriz de muestra problemática, la técnica del "método estándar de adición" se recomienda.

12.4 Se recomienda que el gas de purga *no sea* interrumpido durante el ciclo de atomización. Pasadas experiencias indican que durante la etapa final de descomposición de los triglicéridos y cuando se pasa de ciclo de carbonización al ciclo de atomización, una última onda de humo se libera de la muestra. El corrector de fondo tiene la capacidad de compensar la magnitud del efecto de dispersión del humo. Sin embargo, cuando se opera en un ciclo de de purga de gas interrumpido durante la atomización, una configuración de humo no uniforme y pobremente reproducible resulta en una aparente dispersión de la respuesta de la muestra. Operando con el ciclo de "gas de purga encendido" durante la atomización puede causar algo de pérdida en la sensibilidad, pero con el gas abierto se transforma o mezcla en un campo gris uniforme que es reproduciblemente corregido.

13 BIBLIOGRAFÍA

NMX-Z- 013-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de las Normas Mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la federación el 31 de octubre de 1977.

Firestone, D; Editor; Official Methods and Recommended Practices of the AOCS; Fifth Edition; AOCS, 1998 (Method Ca 18 – 79).

ISO 8294:1994, "Animal and vegetable fats and oils – Determination of copper, iron and nickel contents – Graphite furnace atomic absorption method.

14 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana es equivalente con la norma internacional ISO 8294: 1994, "Animal and vegetable fats and oils – Determination of copper, iron and nickel contents – Graphite furnace atomic absorption method.

15 VIGENCIA

Esta 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
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**

FRANCISCO RAMOS GÓMEZ