



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-F-365-S-1980

HARINAS - DETERMINACION DE MATERIA EXTRAÑA

FLOURS - EXTRANEAS MATTER DETERMINATION

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta norma participaron los siguientes Organismos:

- SUBSECRETARIA DE SALUBRIDAD. DIRECCION GENERAL DE LABORATORIOS EN SALUD PUBLICA.

- SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA. DIRECCION GENERAL DE CONTROL DE ALIMENTOS, BEBIDAS Y MEDICAMENTOS.

- INSTITUTO NACIONAL DEL CONSUMIDOR.

- FABRICA DE CHOCOLATES LA AZTECA, S. A. DE C. V.

- ANDERSON CLAYTON.

- CEREALES INDUSTRIALIZADOS, S. A.

- LANCE, S. A.

- GAMESA, S. A.

HARINAS - DETERMINACION DE MATERIA EXTRAÑA
 FLOURS - EXTRANEAS MATTER DETERMINATION

0 INTRODUCCION

La harina puede contaminarse durante su contacto con equipo de procesamiento infestado con insectos o por contaminación interna de la materia prima con insectos y excrementos de roedor. Es común que el equipo utilizado para la limpieza no elimine completamente la contaminación ocasionada por insectos o roedores.

Con la finalidad de determinar la fuente de contaminación de la harina, es de primordial importancia identificar los fragmentos de los insectos así como las especies involucradas.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

La presente Norma Oficial Mexicana establece el método para determinar la presencia de materia extraña tal como fragmentos de insecto y excremento de roedor en harinas.

2 REACTIVOS Y MATERIALES

2.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa, cuando se indique agua debe entenderse agua destilada.

- Solución de pancreatina

Utilizar pancreatina soluble mantenida bajo refrigeración a 283 K (10°C). Utilizar siempre solución fresca.

Disolver 10 g de pancreatina en 100 cm³ de agua tibia a no más de 313 K (40°C) y filtrar a través de un papel filtro utilizando succión. Volver a filtrar, esta vez a través de un cojín de algodón de 10 cm de diámetro no muy apretado. Si la filtración se dificulta cambiar el algodón. Obtener aproximadamente 100 cm³ de solución por cada 10 g de pancreatina.

- Solución de fosfato de sodio (Na₃PO₄) al 5 %

- Gasolina blanca libre de Plomo y benceno

- Formaldehído (HCHO)
- Solución al 1 ó 2 % de ácido clorhídrico
- Mezcla glicerina alcohol 1:3
- Cloroformo (CHCl₃)
- Tetracloruro de carbono (CCl₄)

2.2 Materiales

- Vasos de precipitados de 250 y 600 cm³
- Matraz trampa de Wildman de dos litros: compuesto de matraz Erlenmeyer provisto de un tapón émbolo de hule sujeto al extremo de una varilla metálica.
- Papel para filtración rápida rayado para conteo con líneas paralelas de aproximadamente 5 mm de separación.
- Embudos Buchner
- Cajas de Petri
- Lápiz graso
- Aguja de disección
- Agitador
- Material común del laboratorio de química, no especificado de otra manera.

3 APARATOS Y EQUIPO

- Balanza con ± 0.1 g de sensibilidad
- Potenciómetro o papel pH
- Equipo para filtración al vacío.
- Microscopio binocular estereoscópico, con objetivos 1, 3 y 6 ó 7 X respectivamente y oculares apareados de amplio campo visual de 10, 15 y 30 X respectivamente.
- Lámpara para el microscopio o luz natural equivalente.

4 PROCEDIMIENTO

4.1 Fragmentos de insectos

4.1.1 Colocar 50 g de harina en un vaso de precipitados de 600 cm³, agitarlos hasta obtener una mezcla homogénea, utilizando 100 cm³ de solución de pancreatina diluida con 100 cm³ de agua. Y añadir agua hasta completar un volumen de 400 cm³.

4.1.2 Ajustar un pH de 8 con solución de fosfato de sodio. Reajustarlo después de 15 minutos y nuevamente a los 45.

4.1.3 Agregar agitando tres gotas de formaldehído (HCHO) y dejar digerir entre 16 y 18 horas a temperatura ambiente igual o menor a 313 K (40°C).

4.1.4 Pasar la mezcla a un matraz trampa de 2 litros y ejecutar la extracción y atrapamiento usando agua y dos porciones de 20 cm³ de gasolina blanca, como se indica a continuación:

Operación del matraz trampa de Wildman

4.1.5 Llevar el volumen del líquido hasta 900 cm³ con agua y agregar 20 cm³ de gasolina blanca.

4.1.6 Inclinar, el matraz a (45°) y mezclar durante un minuto a razón de 200 a 250 agitaciones por minuto, en forma circular y evitando cualquier chapoteo en la superficie.

4.1.7 Agregar suficiente agua para llevar la capa de gasolina hasta el cuello del matraz.

4.1.8 Dejar reposar la mezcla durante 30 minutos, con agitación intermitente de la capa inferior cada 3 ó 6 minutos utilizando el tapón émbolo y tratando de desprender las partículas que pudieran haber quedado adheridas a las paredes del matraz, durante los primeros 20 minutos del período de reposo.

4.1.9 Girar el tapón émbolo de hule para remover el sedimento y atrapar elevándolo todo lo más que se pueda hasta el cuello del matraz, asegurar que toda la capa de gasolina y al menos un cm del líquido que está bajo la interfase queden arriba del tapón.

4.1.10 Mantener el tapón en su lugar y verter los líquidos que están sobre él en un vaso de precipitados.

4.1.11 Enjuagar toda la materia que haya quedado adherida a la varilla y al cuello del matraz con gasolina, agregando este enjuague al líquido del vaso de precipitados.

4.1.12 Realizar una segunda extracción adicionando 20 cm³ de gasolina al matraz trampa y agitar vigorosamente de tal manera que se permita el máximo contacto entre el líquido de extracción y los sólidos.

4.1.13 Agregar suficiente agua, para que permita a la capa de gasolina subir hasta el cuello del matraz.

4.1.14 Dejar reposar 30 minutos y extraer y atrapar con el tapón émbolo de hule de la misma manera como se hizo en la primera extracción, filtrando posteriormente.

Técnicas para filtración

4.1.15 La filtración se lleva a cabo utilizando embudos Buchner, succión, y papel de filtración rápida rayado para conteo, con enjuagues de gasolina intermitentes.

Si el material extraído contiene mucho residuo almidonoso, agregarle previamente suficiente solución al 1 ó 2 % de HCl. Hervir la mezcla y filtrar todavía caliente.

Examen de los papeles al microscopio

4.1.16 Pasar el papel filtro con el residuo a una caja de Petri humedecida con mezcla glicerina - etanol y así mantenerlo, pero no tan mojado que los fragmentos floten, contar al microscopio utilizando una luz suficiente fuerte para que muestre los detalles del papel filtro a través del microscopio. Cuente explorando con la aguja de disección sobre toda la superficie del papel, línea por línea. Voltar y explorar cada pieza del material, pues algunos fragmentos son irreconocibles a menos que se muevan. No contar material dudoso (una amplificación mayor de 30 X en algunos casos es útil para examinar piezas dudosas).

Marcar el papel en un lado de cada fragmento contado por medio de un lápiz graso, para futuros chequeos y para evitar cuentas erróneas.

4.2 Excrementos de roedor

4.2.1 Colocar 50 g de muestra en un vaso de precipitados con asa de gancho de 250 cm³. Añadir CHCl₃ hasta un centímetro del borde, mezclar muy bien y dejar reposar por lo menos 30 minutos. Revolver varias veces durante este lapso la capa que sube hasta la superficie.

4.2.2 Decantar el CHCl₃ y el tejido flotante a un papel filtro en un Buchner, cuidando de no remover los residuos pesados del fondo del vaso. Antes de decantar hay que cuidar que la capa que queda flotando no se haga tan compacta que haga difícil esta operación.

4.2.3 Añadir una cantidad de CCl₄ igual a la cantidad de CHCl₃ y sedimento que queda en el vaso de precipitados; dejar que vuelva a reposar y decantar como antes. Repetir este proceso con una mezcla a partes iguales de CHCl₃ y CCl₄ hasta que quede muy poco tejido en el vaso. Debe tenerse cuidado de no decantar ningún fragmento de excremento de roedor que pueda estar presente.

4.2.4 Filtrar y lavar los residuos del vaso en un papel con un chorro de CHCl₃ ó CCl₄ y examinar al microscopio, como se indicó arriba (véase 4.1.16).

6 EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de fragmentos de insectos y de excrementos de roedor debe expresarse como el número de fragmentos de insectos o de excrementos de roedor en 50 g de muestra del producto terminado, en un promedio de cinco muestras.

7 BIBLIOGRAFIA

Association of Official Analytical Chemists.- Official Methods of Analisis (A.O.A.C.) twelfth Edition.- Willian Horwts Editor.- Washington, D.C. 1975.- Chapter 44 Extraneous Materials. Isolation. Parts 44.045, 44.042.

EL DIRECTOR GENERAL DELABORATORIOS DE
SALUD PUBLICA DE LA SUBSECRETARIA SALUBRIDAD.



Q. F. ERNESTO FAVELA ALVAREZ.

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.



DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Febrero 3, 1981