



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-F-320-S-1978

DETERMINACION DE FOSFATOS EN EMBUTIDOS

DETERMINATION OF PHOSPHORUS IN SAUSAGES

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de la presente Norma participaron los siguientes Organismos:

LABORATORIO NACIONAL DE SALUBRIDAD.

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

LABORATORIO CENTRAL DE LA SECRETARIA DE HACIENDA Y
CREDITO PUBLICO.

EMPACADORA BRENER, S.A.

PARMA INDUSTRIAL, S.A.

CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE LA TRANSFORMACION.

DETERMINACION DE FOSFATOS EN EMBUTIDOS
 DETERMINATION OF PHOSPHORUS IN SAUSAGES

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

La presente Norma establece el método de prueba para la determinación de fosfatos de muestras de embutidos.

2 FUNDAMENTO

Este método se basa en la producción de un color amarillo naranja estable, debido al complejo vanadio molibdifosfórico ($H_3PO_4 \cdot VO_3 \cdot 11MoO_3 \cdot n H_2O$) que se forma al tratar una solución ácida de ortofosfatos con un reactivo ácido que contiene ácido molíbdico y ácido vanádico.

3 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma, es indispensable la consulta de la siguiente Norma Mexicana vigente.

NMX-F-066 Método de Prueba para la Determinación de Cenizas.

4 REACTIVOS Y MATERIALES

4.1 Reactivos

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

4.1.1 Molibdato de vanadio: Disolver 20 g de molibdato de amonio en 400 ml de agua a la temperatura de 50°C y enfriar.

Disolver por separado un g de vanadato de amonio en 300 ml de agua hirviendo y enfriar; agregar 140 ml de ácido nítrico concentrado agitando ocasionalmente, en este momento agregar gradualmente la solución de molibdato de amonio, previamente preparada y completar el volumen con agua a un litro.

4.1.2 Solución de Nitrato de Magnesio: Disolver 950 g de $Mg (NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ libre de fósforo, en agua y completar el volumen con agua a un litro.

4.1.3 Solución Patrón de Fósforo: Preparar una solución que contenga 3.834 g de KH_2PO_4 por litro. Colocar una alícuota de 25 ml en un matraz volumétrico de 250 ml y completar el volumen con agua. Un ml de esta solución patrón equivale a 0.2 mg de P_2O_5 .

4.1.4 Hidróxido de amonio d 0.88

4.1.5 Acido nítrico diluido 1:2

4.1.6 Acido clorhídrico 5 N

4.2 Materiales

a) Vasos de precipitados de 500 ml.

b) Agitador de vidrio.

c) Matraces volumétricos de 100, 250 y 1000 ml.

d) Bureta de 50 ml graduada en décimos de ml.

e) Pipetas de 5, 10 y 25 ml graduadas en décimos de ml y volumétricas de la misma capacidad.

f) Frascos para guardar los reactivos.

g) Papel semilogarítmico de un ciclo, para graficar.

h) Cápsula o crisol de porcelana.

i) Mechero de Bunsen.

j) Triángulo de porcelana.

k) Pinzas para crisol.

l) Embudo.

m) Soporte universal y anillo.

n) Papel filtro.

o) Papel indicador de pH.

5 APARATOS E INSTRUMENTOS

5.1 Aparatos

a) Mufla.

5.2 Instrumentos

- a) Balanza analítica con ± 0.1 mg de sensibilidad.
- b) Espectrofotómetro, con celdas para la solución a leer.

6 PREPARACION DE LA CURVA DE COMPARACION

- 6.1 Poner alicuotas de 0.0, 2.5, 5, 10, 20, 30, 40 y 50 ml de la solución patrón de fósforo, en matraces aforados de 100 ml y diluir con agua a un volumen entre 50 y 60 ml.
- 6.2 Agregar a cada matraz unas gotas de NH_4OH 0.88 y con HNO_3 1:2 llevarlos a medio ácido.
- 6.3 Agregar 25 ml de reactivo de molibdato de vanadio, completar el volumen con agua a 100 ml y mezclar. Dejar reposar durante 10 minutos.
- 6.4 Transferir las soluciones a las celdas del espectrofotómetro y medir la absorbancia a 470 nanómetros.
- 6.5 Trazar en papel semilogarítmico de un ciclo, una curva de absorbancia contra concentración de P_2O_5 .

7 PROCEDIMIENTO

- 7.1 Tomar una muestra de 2 a 2.5 g en una cápsula o crisol de porcelana.
- 7.2 Humedecerla con unos mililitros de solución de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y evaporar.
- 7.3 Llevar a cenizas a una temperatura de 600°C aplicando la Norma Mexicana NMX-F-66 (véase 3).
- 7.4 Disolver las cenizas con 10 ml de HCl 5 N, calentar hasta ebullición, enfriar y transferir a una matraz volumétrico de 100 ml con ayuda de unos mililitros de agua.

Si todas la cenizas no se solubilizaron, filtrar para pasar al matraz volumétrico.
- 7.5 Neutralizar agregando NH_4OH 0.88 gota a gota. El volumen de la solución después de la neutralización debe ser entre 50 y 60 ml.
- 7.6 Acidificar ligeramente con HNO_3 1:2, utilizando el papel indicador de pH.
- 7.7 Agregar 25 ml del reactivo de molibdato de vanadio, completar el volumen a 100 ml con agua, mezclar y dejar reposar 10 minutos.

7.8 Transferir las soluciones problema a las celdas del espectrofotómetro y medir la absorbancia a 470 nanómetros y comparar con la curva.

8 EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de fosfatos presentes en la muestra se calcula mediante la siguiente fórmula expresada en porcentaje de P₂O₅.

$$\% \text{P}_2\text{O}_5 = \frac{L \times 100}{m}$$

Donde:

L = Lectura del problema en mg de P₂O₅ al comparar con la curva.

m = Masa de la muestra en gramos.

8.1 Reproducibilidad

La diferencia entre los valores de tres determinaciones, efectuadas paralelamente, sobre la misma muestra, por el mismo analista y con los mismos reactivos y aparatos, no debe exceder en ± 0.5 %. El resultado final debe ser el promedio de las tres determinaciones.

9 BIBLIOGRAFIA

David Pearson. The Chemical Analysis of Foods, 6^a Edition. 1970.

Association of Official Analytical Chemists. Official Methods of Analysis. Part 24.012 - 1975.

10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta Norma no concuerda con ninguna Norma Internacional por no existir sobre el tema.

México, D.F., Junio 30, 1978

EL DIRECTOR GENERAL DE CONTROL DE
ALIMENTOS, BEBIDAS Y MEDICAMENTOS
DE LA SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA.



DR. JOSE RUILOBA BENITEZ.

Con Fundamento en el Artículo 15 fracción IV del Reglamento Interior de la Secretaría
de Salubridad y Asistencia.

EL DIRECTOR GENERAL



DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS

Fecha de aprobación y publicación: Agosto 4, 1978