

**MINISTERIO DE COMERCIO E INDUSTRIAS
COMISION PANAMEÑA DE NORMAS INDUSTRIALES Y TECNICAS**

REGLAMENTO TECNICO

**DGNTI-COPANIT
54-439-99**

**AZUCAR Y SUS DERIVADOS
DETERMINACION DEL PLOMO EN LOS PRODUCTOS DEL
AZUCAR REFINADA POR MEDIO DE UN METODO
COLORIMETRICO**

**Dirección General de Normas y Tecnología Industrial (DGNTI)
Comisión Panameña de Normas Industriales y Técnicas (COPANIT)
Apdo. 9658 Zona 4 – Panamá República de Panamá**

MINISTERIO DE COMERCIO E INDUSTRIAS
Es Copia Auténtica de su Original

Panamá 24 de agosto de 19 99

Jesús de la Cruz
DIRECCION ADMINISTRATIVA

INFORME

El Comité Técnico es el encargado de realizar el estudio y revisión de las normas y está integrado por representantes del sector público y privado.

El Reglamento Técnico, en su etapa de proyecto, ha sido sometida a un período de encuesta pública de sesenta (60) días durante el cual los sectores emitieron sus observaciones y recomendaciones.

Este Reglamento Técnico DGNTI-COPANIT 54-439-99 ha sido ratificada por el Ministro de Comercio e Industrias mediante Resolución N° 394-12-8 de 1999 y publicado en Gaceta Oficial N° 23 888 del día 17/9 de 1999.

Miembros Participantes

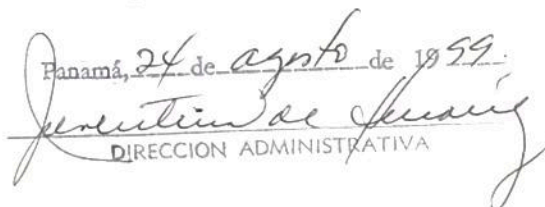
Lic. Aracelis de Vergara
Ing. Pablo Sánchez
Ing. Luis C. Correa
Ing. José María Barría
Ing. Raúl Delvalle
Ing. Antonio Avila
Lic. Brunilda de Ulloa
Lic. Ivan De Gracia
Lic. José Pimental
Ing. Joaquín Pinzón
Ing. Ricardo Delvalle
Ing. José Ready Vega

Ministerio de Salud
Corporación Azucarera La Victoria
Corporación Azucarera La Victoria
Azucarera Nacional, S.A.
Cámara de Comercio
Azucarera Nacional
CLICAC
Cía Azucarera La Estrella
Instituto Especializado de Análisis
Ingenio Alanje
Sindicato de Industriales de Panamá
Ingenio Alanje

Téc. Edith Virginia CajarJ.

Coordinadora Técnica

MINISTERIO DE COMERCIO E INDUSTRIAS
Es Copia Auténtica de su Original

Panamá, 24 de agosto de 1999.

DIRECCION ADMINISTRATIVA

REPUBLICA DE PANAMA

MINISTERIO DE COMERCIO E INDUSTRIAS

DIRECCION GENERAL DE NORMAS Y TECNOLOGIA INDUSTRIAL

RESOLUCION N° 394 PANAMA 12 DE agosto DE 1999

EL MINISTRO DE COMERCIO E INDUSTRIAS
EN USO DE SUS FACULTADES LEGALES

CONSIDERANDO

1. Que mediante el art. 91, Título II, ley 23 de 15 de julio de 1997 se establece lo que la Dirección General de Normas Tecnología Industrial, de Ministerio de Comercio e Industrias es el organismo nacional de normalización, encargado por el Estado del proceso de Normalización Técnica y la facultad a coordinar los comités técnicos y someter los proyectos de normas, elaborados por la Dirección General de Normas y Tecnología Industrial o por comités sectoriales de normalización, a un período de discusión pública.
2. Que mediante nota CS-084/REC/par de 25 de septiembre de 1997 la Comisión de Libre Competencia y Asuntos del Consumidor ha priorizado una lista de Normas necesarias a formalizar, con el objeto de establecer y mantener la calidad de los productos de la Canasta Básica.
3. Que mediante Nota 181/DCAVV/98 de 20 de mayo de 1998 y nota 298/DCAVV/INPLA/98 de 19 de agosto de 1998 el Ministerio de Salud ha solicitado que las Normas Técnicas Panameñas referentes a la Industria Alimenticia sean consideradas **Reglamentos Técnicos**.
4. Que el Reglamento Técnico N° 54-439-99 fue a un período de encuesta pública de acuerdo al artículo 93, numeral 8 del título II ley 23 de 15 de julio de 1997.
5. Que de acuerdo al artículo 95 Título II de la precitada ley la Dirección General de Normas Y Tecnología Industrial del Ministerio de Comercio e Industrias velará porque los Reglamentos Técnicos sean establecidos en base a objetivos legítimos, tales como la seguridad nacional la prevención de prácticas que puedan inducir a error, la protección de la salud o seguridad humana, de la vida o salud vegetal, o del medio ambiente.
6. Que la presente solicitud se fundamenta en las siguientes argumentos :
 - Que es necesario actualizar la normalización relativa a los productos alimenticios, de tal forma que se establezcan requisitos mínimos de producción que garanticen que los productos consumidos posean la calidad organoléptica, nutricional y a la vez la calidad sanitaria (alimentos inocuos) que no afecte la salud de las personas.
 - Que es necesario establecer la vigilancia de los productos alimenticios que se comercializan en el país, ya sea nacionales o importados. Los Reglamentos Técnicos son una herramienta práctica para lograr de forma preventiva proteger la salud de los consumidores.

MINISTERIO DE COMERCIO E INDUSTRIAS
Es Copia Auténtica de su Original

Panamá, 24 de agosto de 1999
Juventina de Jesús
DIRECCION ADMINISTRATIVA

- Que la ausencia de los Reglamentos Técnicos nos coloca en desventaja como país desprotegiendo la salud de nuestra población .
- Que se hace necesario establecer y mantener las medidas de protección de la Salud o seguridad humana de la vida o salud animal o vegetal medio ambiente, seguridad nacional, la prevención de prácticas que puedan inducir a error.

RESUELVE

ARTICULO PRIMERO: Aprobar el Reglamento Técnico No. 54-439-99 del sector Alimentos, Azúcar y sus derivados. Métodos de ensayo para determinar plomo en azúcar blanco.

**AZUCAR Y SUS DERIVADOS
DETERMINACIÓN DE PLOMO
EN LOS PRODUCTOS DEL AZUCAR REFINADA
POR MEDIO DE UN METODO COLORIMETRICO**

**REGLAMENTO TECNICO
DGNTI - COPANIT-54-439-99**

1. ENFOQUE Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este método esta basado en un procedimiento colorimétrico y es apropiado para azúcar blanco y crudo, así también para productos de bajo grado con contenidos de plomo que no exceda a 0.5 mg Pb/kg.

El paso de ceniza en seco para el azúcar crudo y ceniza en húmedo para los productos de bajo grado es primero requerido para eliminar la materia orgánica. Sin embargo este pre-tratamiento no es necesario para el caso del azúcar blanco.

2. PRINCIPIO

2.1 Para el Azúcar Blanco, el plomo es extraído directamente de la solución preparada por medio de agitación con una solución de Ditizona en cloroformo y se descarta la capa acuosa. La Ditizona forma un complejo soluble del cloro formo con el plomo en solución y da un color rojo característico. Para completar la extracción de la fase acuosa solo es posible cuando el Ph está entre 9 y 11.5. La interferencia de otros iones se previene al adicionar Citrato de Amonio y Cianuro de Potasio. Un color final por comparación es logrado, adicionando una cantidad conocida de plomo en una solución de ditizona en blanco.

2.2 Para Azúcar Crudo, los constituyentes orgánicos producen una emulsificación de la ditizona en cloroformo con lo que resulta una separación pobre de las fases acuosas y el cloroformo. La renovación de los constituyentes orgánicos es llevada a cabo calcinando el azúcar después de adicionar Nitrato de Magnesio a una temperatura que no exceda los 500 °C.

MINISTERIO DE COMERCIO E INDUSTRIAS
Es Copia Auténtica de su Original

Panamá, 24 de agosto de 1999
Jesús de Jesús
DIRECCION AD...

- 2.3 Para los productos de Bajo Grado, se recomienda una calcinación húmeda en el procedimiento ya que los métodos de calcinación seca no han sido encontrados como convenientes para el análisis de rutina. Este procedimiento involucra el uso de una mezcla de ácidos: Sulfúrico, Perclórico, Nítrico y es particularmente apropiado para productos líquidos. Cuando se sabe que el calcio está presente el procedimiento es ligeramente modificado en base al uso de ácido Nítrico y Perclórico.

3. REACTIVOS Y MATERIALES

ADVERTENCIA Y PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

Los usuarios de este método deben consultar con las autoridades oficiales de salud y la legislación sobre seguridad; antes del manejo del cianuro de potasio, el nitrato de plomo, el ácido perclórico y los otros reactivos aquí listados.

A los usuarios del método de la digestión húmeda también se les advierte que el uso indiscriminado del ácido perclórico puede llevar a un riesgo de explosión. La digestión húmeda se debe llevar a cabo dentro de una campana para emanaciones de gases y una mampara de vidrio blindada.

A pesar de que las trazas de plomo presentes en los reactivos son permitidos cuando se hace el blanco a lo largo del procedimiento completo, es necesario que las soluciones sean preparadas con reactivos grado analítico o aquellos especificados para el análisis de trazas de metales.

- 3.1 Solución de Ditizona aproximadamente 0.1 g/100ml. Preparar esta solución de stock. Disolver 0.1g de difenil tiocarbazona en 100ml de cloroformo (reactivo grado analítico).
- 3.2 Solución de Ditizona de aproximadamente 20 mg/l. Preparar una solución fresca diariamente o cuando se requiere por dilución de 2ml de la solución stock (3.1) a 100ml con cloroformo G.A. Almacenar la solución en una botella color ámbar y dentro de un armario al resguardo de la luz.
- 3.3 Solución de Amonio $\rho_{20} = 0.88\text{g/ml}$
- 3.4 Solución de Citrato de Amonio. Disolver 62.5gr de citrato de triamonio en 200 ml de agua libre de plomo.
Adicionar 5ml de la solución de amonio y diluir a 250 ml con agua destilada a 20°C se hace la extracción de la solución con sucesivos volúmenes de la solución de ditizona de 0.1 g/100ml (3.1) para asegurar la completa remoción de los metales pesados, lo cual es indicado por la presencia de un color verde que se presenta en la capa del cloroformo. Remover el exceso de ditizona de la fase acuosa por medio de sucesivas extracciones con pequeñas cantidades de cloroformo hasta que la solución acuosa quede descolorida.
- 3.5 Cianuro de Potasio. Disolver 5 g del reactivo cianuro de potasio (G.A) en agua destilada y diluir a 100 ml a 20°C. Dejar en reposo durante 2 días antes de ser usada para permitir la oxidación de las trazas de azufre.
- 3.6 Acido Nítrico concentrado $\rho_{20} = 1.42\text{ g/ml}$
- 3.7 Acido Clorhídrico concentrado $\rho_{20} = 1.18\text{ g/ml}$
- 3.8 Acido Sulfúrico concentrado $\rho_{20} = 1.84\text{ g/ml}$
- 3.9 Acido Perclórico concentrado $\rho_{20} = 1.54\text{ g/ml}$
- 3.10 Acido Nítrico aproximadamente 1% v/v. Diluir 10ml de ácido nítrico concentrado (3.6) que contenga menos de 0.005mg Pb /Kg. en 1 litro de agua destilada libre de plomo a 20°C.

MINISTERIO DE COMERCIO E INDUSTRIAS
Es Copia Auténtica de su Original

Panamá, 24 de agosto de 1959

Juan Antonio de la Cruz
DIRECCION ADMINISTRATIVA

- 3.11 Acido Nítrico de aproximadamente 1mol/l. Diluir 15.6ml de ácido nítrico concentrado (3.6) en 250ml de agua libre de plomo.
- 3.12 Indicador de Azul Bromotimol. Diluir 0.04g en etanol al 20% y completar a 100ml con etanol al 20%.
- 3.13 Solución Estándar de Plomo . Preparar una solución estandar "A" de stock; Disolver 0.160 g de nitrato de plomo G.A previamente secado en 100ml de ácido nítrico 1mol/litro (3.11). La solución "B" es preparada fresca, diluir 10ml de la solución de stock "A" en 1 litro de agua destilada.
- 3.14 Solución de Hidrocloruro de Hidroxilamina. Disolver 20g de hidrocloruro de hidroxilamina (G.A) en 100ml de agua destilada.
- 3.15 Solución de Hexameta Fosfato de Sodio. Disolver 10 g en 100ml de agua.
- 3.16 Solución de Nitrato de Magnesio. Disolver 10 g en 100ml de agua destilada.
- 3.17 Cloroformo $\rho_{20} = 1.49 \text{ g/ml}$

4- APARATOS

Todos los aparatos, incluyendo los embudos de separación, microburetas, pipetas y la vidriería nueva debe ser lavados en una solución de hidróxido de sodio al 10%, seguida por una de ácido nítrico diluido. Finalmente enjuague con agua destilada.

- 4.1 Pipetas de 5 a 10 ml clase A
- 4.2 Pipetas graduadas de 10 ml clase A
- 4.3 Matraces volumétricos de 100 y 1000 ml clase A
- 4.4 Embudos de separación de 100 ml
- 4.5 Microburetas de 2 a 5 ml (graduada en 0.05 ml y 25 ml)
- 4.6 Tubos de Messler de 25 ml
- 4.7 Tubos de prueba de vidrio pyrex 200 x 24 mm, con marcas en 10 y 25 ml
- 4.8 Platillos de platino
- 4.9 Horno
- 4.10 Baño maría
- 4.11 Matraces erlermeyer de 100 ml
- 4.12 Balanza analítica leible hasta 0.1mg
- 4.13 Plato calentador eléctrico

5. PROCEDIMIENTO

5.1 Azúcar Blanco

Preparación de la muestra: Disolver 10g de muestra en 20 ml de agua destilada en un vaso de precipitado y transferir la solución a un embudo de separación de 100 ml. Usar solo 5 ml para enjuague. Adicionar 2.5 ml de ácido clorhídrico concentrado. Tapar el embudo y agitar por 5 minutos.

Preparar un blanco, adicionar el mismo volumen de ácido (2.5 ml) concentrado a 25ml de agua destilada contenida en otro embudo.

Extracción del Plomo, Adicionar de 5 a 6 gotas del indicador azul de bromotimol a la solución para extracción y neutralice con la solución de amonio (3.3), adicionada gota a gota desde una bureta hasta que es obtenido el color azul.

Adicionar 1.5ml más de la solución de amonio seguido de una adición de 1.0ml de una solución de citrato de amonio (3.4) y 1.0ml de la solución de cianuro de potasio (3.5). Cuando se sabe que el hierro está presente en concentraciones apreciables. Antes del cianuro agregar 1.0ml de hidrocloruro de hidroxilamina antes del cianuro.

Tapar el embudo y mezclar bien los contenidos por agitación. Adicionar de 5 a 10ml de la solución de Ditizona de 20 mg/l (3.2). Incrementar la adición desde una bureta de 10ml y repita el mezclado. Si es necesario adicionar más solución de ditizona y continuar la extracción hasta que la capa inferior de cloroformo haya cambiado de un color rojo ladrillo a un verde azul o violeta que indica la extracción del plomo de la fase acuosa.

Adicionar un volumen igual de ditizona a la muestra en blanco y mezclar de la misma forma. Transferir la fase cloroformo a un segundo embudo limpio y adicionar alrededor de 2ml de solución de ditizona 20mg/l a la fase acuosa que permanece en el embudo original. Agitar y transferir la capa de cloroformo al cloroformo extraído originalmente en el segundo embudo y trate el extracto combinado de cloroformo con 10ml de ácido nítrico al 1% v/v (3.10). Agitar vigorosamente de tal manera que el plomo sea transferido a la fase acuosa como se indica por la restauración del color verde puro en la fase cloroformo. Adicionar más ácido nítrico diluido en caso de que el color verde no se haya obtenido. Descartar la fase agotada de cloroformo, teniendo cuidado de evitar cualquier pérdida de la solución de ácido nítrico. Trate de hacer lo mismo con la muestra en blanco.

DETERMINACIÓN DEL PLOMO

Tratar las 2 soluciones de ácido nítrico; la de muestra y el blanco con 0.2ml de la solución de citrato de amonio, 5 gotas de la solución de amonio y 0.2ml de la solución de cianuro de potasio. Mezclar cada una de las soluciones y adicionar suficiente solución de ditizona de 20mg/l a la solución de muestra en el embudo para cambiar el color rojo ladrillo, con agitación a un color verde, azul o el violeta. Adicionar una cantidad igual de ditizona al embudo de la muestra en blanco seguida de agitación.

Transferir los contenidos completos de los embudos de separación a Tubos Nessler. Lentamente adicionar la solución "B" estandar desde una microbureta de 2ml al tubo de muestra blanco. Agitar hasta que el color compagine con el color del tubo con la muestra. Anotar el volumen de solución "B" necesario para esto.

5.1 Azúcar Crudo

Preparación de la muestra por calcinación seca. Pesar 5g de muestra en un platillo limpio de platino o en un crisol de sílice y tratar con 10 ml de una solución de nitrato de magnesio (3.6).

Evaporar a sequedad y el residuo se calcina en un horno calibrado a una temperatura no mayor de 500 °C. Es esencial que la temperatura no exceda los 500 °C ya que es conocido que algunos compuestos de plomo son volatilizados arriba de esa temperatura.

Cuando las cenizas han sido completado descarbonizada, retirar el platillo y dejar enfriar.

Disolver la ceniza en 1ml de ácido clorhídrico conc. (3.7) y diluir con agua libre de plomo hasta tener 25ml.

MINISTERIO DE COMERCIO E INDUSTRIAS
Es Copia Auténtica de su Original

Panamá, 24 de agosto de 1959
Genetina de Suesedo
DIRECCION ADMINISTRATIVA

DETERMINACION DEL PLOMO

Calentar la solución dentro de un baño maría por 15 minutos y determinar el plomo siguiendo el procedimiento descrito bajo (5.1) sobre la extracción y determinación del plomo.

5.2 Productos de Bajo grado Líquido y Sólido.

La preparación de la muestra por calcinación húmeda (en ausencia de calcio) . Llevar a cabo todas las operaciones de digestión dentro de un armario para vapores. Ver las advertencias referidas en las secciones. Transfiera una muestra que tenga no mas de 2g de materia seca a uno de los tubos de prueba marcado y adicionar 1ml de agua destilada.

Cuidadosamente adicionar 1ml de ácido sulfúrico conc. (3.8) y 3ml de ácido perclórico (3.9) junto con tres perlas de vidrio. Si es necesario calentar suavemente para iniciar (charring). Agregar lentamente de 2 a 3 ml de ácido nítrico conc. por medio de una bureta gota a gota.

Calentar suavemente para hervir y continuar la digestión hasta que la solución esté clara y casi sin color.

Cuidadosamente adicionar unas pocas gotas mas con un gotero hasta que el charring cese. Continuar calentando para separar el exceso de ácido perclórico, dejar un volumen final de entre 1 y 2 ml.

Preparación de la muestra cuando está presente el calcio. Llevar a cabo todas las operaciones de la digestión en campana para humos y vapores. Ver advertencia en la sección número 3.

Transferir una muestra equivalente a no mas de 2g de materia seca a un matraz erlermeyer de 100ml.

Adicionar 1ml de agua destilada seguido de la adición de 3ml de ácido nítrico (3.6) y 2ml de ácido Perclórico (3.9) Calentar a partir de frío sobre un plato metálico de resistencia eléctrica usando una lámina de asbesto para moderar el calor.

Cuando el líquido se torna de color chocolate adicionar más ácido nítrico gota a gota (no mas de 3ml) y calentar hasta que los vapores blancos de ácido Perclórico son expulsados, una solución incolora indica que la digestión se ha completado.

DETERMINACIÓN DEL PLOMO

Hervir las soluciones preparadas bajo las indicaciones anteriores por alrededor de 30 segundos para disolver cualquier material sólido presente.

Adicionar 6ml solución de Citrato de Amonio (3.4) y 10ml de solución de hexa metafosfato de sodio (3.15). Si no se aclara , hervir nuevamente.

Diluir la solución llevándola a un volumen de 25ml con agua destilada y cuantitativamente transferir la solución a un embudo separador para la extracción usar el método (5.1).

MINISTERIO DE COMERCIO E INDUSTRIAS
Es Copia Auténtica de su Original

Panamá, 24 de agosto de 1959
Jesús María de Jesús
DIRECCIÓN

6. EXPRESAR LOS RESULTADOS

6.1 Cálculo para el azúcar blanco.

El contenido del plomo es expresado como mgPb /kg., en cuanto la masa usada es de 10g entonces tenemos que 1ml de solución B es equivalente a 1mgPb/kg de azúcar blanco.

Cuando la masa de muestra difiere de 10g el contenido del plomo puede ser calculado :

$$\frac{10 V}{M} \text{ mg Pb/kg.}$$

Donde: V = es el volumen en ml de la solución diluida estandar de plomo usada en el aparejamiento.

M = es la masa de la muestra original en gramos.

6.2 Cálculos para el Azúcar crudo

Donde la masa de muestra usada es de 5g entonces 1ml de solución de B es equivalente a 2mg de Pb /kg de azúcar crudo.

Usar la formula en 6.1 para otros valores de masa de muestra.

6.3 Producto de Bajo Grado

Cálculos par productos líquidos y sólidos; en cuanto la masa de muestra usada sea de 2g entonces 1ml de la solución B es equivalente a 5mg PBI/kg. líquido ó sólido.

Usar la fórmula de 6.1 para otras masa de muestras.

8. BIBLIOGRAFÍA:

1-Schneider Fed ed. (1979) : Sugar Analysis : ICUMSA Methods 91,96

Artículo Segundo : La presente Resolución tendrá vigencia a partir de su publicación en la Gaceta Oficial:

COMUNIQUESE Y PUBLIQUESE



LIC. IVAN G. GONZALEZ
MINISTRO DE COMERCIO E INDUSTRIAS

Elvia V. de Carles
ELVIA V. DE CARLES

DIRECTORA GENERAL DE NORMAS
Y TECNOLOGIA INDUSTRIAL

MINISTERIO DE COMERCIO E INDUSTRIAS
E.C. por Autógrafa de su Original

Panamá, 24 de agosto de 1999
Jesentim de Jesus
DIRECCION ADMINISTRATIVA