

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-040-SSA1-1993, BIENES Y SERVICIOS. SAL YODADA Y SAL YODADA FLUORURADA. ESPECIFICACIONES SANITARIAS.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Salud.

JOSE MELJEM MOCTEZUMA, Director General de Control Sanitario de Bienes y Servicios, por acuerdo del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, con fundamento en los artículos 39 de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 38 fracción II, 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 8o. fracción IV y 13 fracción I del Reglamento Interior de la Secretaría de Salud.

PREFACIO

En la elaboración de la presente Norma participaron los siguientes organismos e instituciones:

SECRETARIA DE SALUD

Dirección General de Control Sanitario de Bienes y Servicios
Dirección General de Fomento a la Salud
Dirección General de Medicina Preventiva
Laboratorio Nacional de Salud Pública

SECRETARIA DE COMERCIO Y FOMENTO INDUSTRIAL

Dirección General de Normas
Dirección General de Políticas Comerciales

INSTITUTO NACIONAL DE NUTRICION

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

Facultad de Química

PROCURADURIA FEDERAL DEL CONSUMIDOR

ASOCIACION MEXICANA DE LA INDUSTRIA SALINERA, A.C.

CONFEDERACION DE CAMARAS NACIONALES DE COMERCIO

SAÑUDO, S.A. DE C.V.

INDICE

0. INTRODUCCION
1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION
2. REFERENCIAS
3. DEFINICIONES
4. SIMBOLOS Y ABREVIATURAS
5. CLASIFICACION

6. DISPOSICIONES SANITARIAS
 7. ESPECIFICACIONES SANITARIAS
 8. MUESTREO
 9. METODOS DE PRUEBA
 10. ETIQUETADO
 11. ENVASE Y EMBALAJE
 12. CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES
 13. BIBLIOGRAFIA
 14. OBSERVANCIA DE LA NORMA
 15. VIGENCIA
 16. APENDICE NORMATIVO
- Apéndice A

0. Introducción

Esta Norma Oficial Mexicana tiene como propósito establecer los límites de ion yodo y de ion flúor que debe contener el producto denominado sal yodada y sal yodada fluorurada, con el fin de prevenir las enfermedades provocadas a la población por deficiencia de dichos elementos.

La protección específica masiva de la caries dental se realiza mediante la adición de fluoruro a la sal de consumo humano como única vía sistémica.

Los límites de ion yodo y de ion flúor se establecieron con base en estudios científicos y pruebas efectuadas en localidades donde la población presenta un alto índice de enfermedades ocasionadas por las deficiencias de los elementos antes mencionados.

1. Objetivo y campo de aplicación

1.1 Esta Norma Oficial Mexicana establece las especificaciones sanitarias de la sal yodada y sal yodada fluorurada destinadas para el consumo humano y para la sal yodada destinada para consumo animal.

1.2 Esta Norma Oficial Mexicana es de observancia obligatoria en el territorio nacional para las personas físicas o morales que se dedican a su proceso o importación.

2. Referencias

Esta Norma se complementa con lo siguiente:

NOM-013-SSA2-1994 Para la prevención y control de enfermedades bucales.

NOM-051-SCFI-1994 Especificaciones generales de etiquetado para alimentos y bebidas no alcohólicas preenvasados.

NOM-086-SSA1-1994 Alimentos y bebidas no alcohólicas con modificaciones en su composición. Especificaciones nutrimentales.*

NOM-117-SSA1-1994 Método de prueba para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, estaño cobre, hierro, zinc y mercurio en alimentos, agua potable y agua purificada por absorción atómica.*

NOM-120-SSA1-1994 Buenas prácticas de higiene y sanidad para bienes y servicios.*

*Proyecto en proceso de expedición como Norma Oficial Mexicana.

3. Definiciones

Para fines de esta Norma se entiende por:

3.1 Aditivos para alimentos, aquellas sustancias que se adicionan directamente a los alimentos y bebidas durante su elaboración, para proporcionar o intensificar aroma, color o sabor; para mejorar su estabilidad o para su conservación.

3.2 Buenas prácticas de fabricación, conjunto de normas y actividades relacionadas entre sí, destinadas a garantizar que los productos tengan y mantengan las especificaciones requeridas para su uso.

3.3 Certificado de calidad fisicoquímico, documento donde consta que la sal ha sido adicionada de yodo y flúor en las cantidades que se establecen en esta Norma.

3.4 Distribuidor, aquel que adquiere la sal adicionada de yodo y flúor ya envasada para su distribución.

3.5 Envasador, aquel que adquiere la sal del productor con o sin adición de yodo y flúor, debiendo garantizar esta adición mediante un certificado y a la vez puede ser distribuidor.

3.6 Envase, todo recipiente destinado a contener un producto y que entra en contacto con el mismo conservando su integridad física, química y sanitaria.

3.7 Etiqueta, todo rótulo, marbete, inscripción, imagen u otra forma descriptiva o gráfica, ya sea que esté impreso, marcado, grabado, en relieve, hueco, estarcido o adherido al empaque o envase del producto.

3.8 Inocuo, aquello que no hace o causa daño a la salud.

3.9 Límite máximo, cantidad establecida de aditivos, microorganismos, parásitos, materia extraña, plaguicidas, biotoxinas, residuos de medicamentos, metales pesados y metaloides que no se debe exceder en un alimento, bebida o materia prima.

3.10 Lote, la cantidad de unidades de un producto elaborado en un solo proceso con el equipo y sustancias requeridas, en un mismo lapso, para garantizar su homogeneidad. Por lo tanto, no puede ser mayor que la capacidad del equipo ni integrarse con partidas hechas en varios periodos.

3.11 Materia extraña, aquella sustancia, resto o desecho orgánico o no que se presenta en el producto sea por contaminación o por manejo poco higiénico del mismo durante su elaboración, considerándose entre otros: excretas y pelos de cualquier especie, fragmentos de hueso e insectos, que resultan perjudiciales para la salud.

3.12 Metal pesado o metaloide, aquellos elementos químicos que causan efectos indeseables en el metabolismo aun en concentraciones bajas. Su toxicidad depende de las dosis en que se ingieran, así como de su acumulación en el organismo.

3.13 Métodos de prueba, procedimientos analíticos utilizados en el laboratorio para comprobar que un producto satisface las especificaciones que establece la Norma.

3.14 Proceso, conjunto de actividades relativas a la obtención, elaboración, fabricación, preparación, conservación, mezclado, acondicionamiento, envasado, manipulación, transporte, distribución, almacenamiento y expendio o suministro al público de productos.

3.15 Sal, producto constituido básicamente por cloruro de sodio y que proviene exclusivamente de fuentes naturales. Se presenta en forma de cristales incoloros, solubles en agua y de sabor salado franco.

3.16 Sal común, aquella que se obtiene por evaporación solar de agua de mar o de salinas.

3.17 Sal refinada, aquella que ha sido sometida a evaporación al alto vacío.

3.18 Sal yodada, producto constituido básicamente por el cloruro de sodio adicionado de 30 ± 10 mg/kg de ion yodo.

3.19 Sal yodada y fluorurada, producto constituido básicamente por el cloruro de sodio adicionado de $30 \text{ mg/kg} \pm 10 \text{ mg/kg}$ de ion yodo y de $250 \pm 50 \text{ mg/kg}$ de ion flúor.

3.20 Sal yodada para consumo animal, producto constituido por el cloruro de sodio adicionado de $30 \pm 10 \text{ mg/kg}$ de ion yodo, que cumple únicamente con la adición de yodo.

3.21 Sal para uso industrial, es la sal que se utiliza para usos no alimentarios.

4. Símbolos y abreviaturas

Cuando en esta Norma se haga referencia a los siguientes símbolos y abreviaturas se entiende por:

cm centímetros

°C grados celsius

f diámetro

g gramos

kg kilogramo

l litro

Máx máximo

mg/kg miligramos por kilogramo

ml mililitro

m/m masa sobre masa

M molar

N normal

NaCl cloruro de sodio

NaF fluoruro de sodio

KF fluoruro de potasio

KIO₃ yodato de potasio

NaIO₃ yodato de sodio

NaI yoduro de sodio

KI yoduro de potasio

F- ion flúor

As arsénico

Ca calcio

Mg magnesio

Pb plomo

% por ciento

Cuando en la presente Norma se mencione al Reglamento, debe entenderse que se trata del Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios.

5. Clasificación

Los productos objeto de esta Norma por su proceso se clasifican en:

5.1 Sal yodada común en grano

5.2 Sal yodada común molida

5.3 Sal yodada refinada

5.4 Sal yodada fluorurada en grano

5.5 Sal yodada fluorurada refinada

5.6 Sal yodada para consumo animal

5.7 Sal para uso industrial

6. Disposiciones sanitarias

Los productos objeto de esta Norma, además de cumplir con lo establecido en el Reglamento, deben ajustarse a las siguientes disposiciones:

6.1 En el almacenamiento, manejo y envasado de la sal se deben aplicar las buenas prácticas de fabricación.

6.2 La sal yodada debe contener 30 ± 10 mg/kg de ion yodo; pudiendo utilizar para tal fin yodato o yoduro de potasio o de sodio.

6.3 La sal yodada fluorurada debe contener la cantidad de ion yodo como se indica en 6.2 y de 250 ± 50 mg/kg de ion flúor; pudiendo utilizar para tal fin fluoruro de sodio o fluoruro de potasio.

6.4 Se exceptúa de agregar fluoruro a la sal que se destina para consumo de poblaciones donde el agua de consumo humano contenga concentración natural óptima de flúor de 0,7 mg/l. Al efecto, el gobierno de la entidad federativa correspondiente cuidará que exista esta correlación en el territorio respectivo.

6.4.1 En el Diario Oficial de la Federación se publicarán las áreas por entidad federativa donde "no" debe comercializarse sal yodada fluorurada por tener el agua de consumo humano una concentración de flúor natural mayor de 0,7 mg/l.

6.4.2 A partir de la fecha de publicación se establece un plazo de seis meses para que los productores, envasadores, distribuidores y comerciantes, identifiquen y regularicen el abasto y distribución de sal en cada entidad federativa.

6.4.3 A los seis meses de la fecha en que se publiquen las áreas donde "no" debe de comercializarse sal yodada fluorurada, las autoridades sanitarias verificarán que exista esta correlación.

6.5 El productor, envasador y distribuidor deben contar con un certificado de calidad fisicoquímico que ampare cada embarque de sal, el cual estará a disposición de la autoridad sanitaria.

6.6 La sal yodada para consumo animal debe cumplir únicamente con la adición de ion yodo establecida en la presente Norma para la sal yodada de consumo humano.

7. Especificaciones sanitarias

Los productos objeto de este ordenamiento deben cumplir con las siguientes especificaciones:

7.1 Organolépticas

Color blanco

Olor sin olor

Sabor salado

7.2 Físicas y químicas

Tabla anexa

7.3 Metales pesados y metaloides

Especificaciones Límite Máximo mg/kg

Arsénico 1,0

Cadmio 0,5

Cobre 2,0

Mercurio 0,1

Plomo 2,0

7.4 Materia extraña

El producto terminado y envasado listo para el consumo humano no debe contener materia extraña.

7.5 Aditivos alimentarios

La sal yodada y sal yodada fluorurada podrá ser adicionada de los siguientes aditivos:

7.5.1 Antiaglomerantes

Solos o combinados Límite Máximo %

Carbonato cálcico 2

Carbonato magnésico 2

Fosfato tricálcico 2

Dióxido de silicio amorfo 2

Silicato cálcico 2

Aluminio silicato sódico 2

Aluminio silicato potásico 2

Silicato magnésico 2

Estearato cálcico 2

Ferrocianuro de sodio decahidratado* 13 mg/kg

Ferrocianuro de potasio trihidratado* 13 mg/kg

*Calculado como ferrocianuro de sodio y ferrocianuro de potasio anhidros.

8. Muestreo

El procedimiento de muestreo para los productos objeto de esta Norma debe sujetarse a lo que establece la Ley General de Salud.

9. Métodos de prueba

Para la verificación de las especificaciones que se establecen en esta Norma, se deben aplicar los métodos de prueba señalados en el apartado de referencias.

Para la verificación de las especificaciones físicas y químicas se deben aplicar los métodos de prueba establecidos en el apéndice normativo A de esta Norma.

10. Etiquetado

La etiqueta de los productos objeto de esta Norma, además de cumplir con lo establecido en el Reglamento y la Norma Oficial Mexicana correspondiente, debe sujetarse a lo siguiente:

Debe figurar:

10.1 La proporción del yodato o yoduro de potasio o de sodio y fluoruro de sodio o de potasio, en miligramos por kilogramo de sal, en letras mayúsculas.

10.2 Número o clave del lote de producción, que puede ser la fecha de elaboración.

10.3 En el caso de la sal yodada fluorurada la leyenda "ESTE PRODUCTO NO DEBE SER COMERCIALIZADO EN POBLACIONES, EN DONDE EL CONTENIDO DE FLUOR EN AGUA DE CONSUMO HUMANO ES MAYOR DE 0,7 MILIGRAMOS POR LITRO".

10.4 Para la sal de uso industrial las leyendas "Esta sal no es para consumo humano, ni para consumo animal" y "No contiene yodo".

10.5 El embalaje debe de estar identificado con fecha, y si se trata de sal yodada fluorurada, ostentar la leyenda "ESTE PRODUCTO NO DEBE SER COMERCIALIZADO EN POBLACIONES, EN DONDE EL CONTENIDO DE FLUOR EN AGUA DE CONSUMO HUMANO ES MAYOR DE 0,7 MILIGRAMOS POR LITRO".

11. Envase y embalaje

11.1 Envase

Los productos objeto de esta Norma se deben envasar en recipientes de tipo sanitario, elaborados con materiales inocuos y resistentes a distintas etapas del proceso, de tal manera que no reaccionen con el producto o alteren las características físicas, químicas y organolépticas.

11.2 Embalaje

Se deben usar envolturas de material resistente que ofrezcan la protección adecuada a los envases para impedir su deterioro exterior, a la vez que faciliten su manipulación, almacenamiento y distribución.

12. Concordancia con normas internacionales

Esta Norma no tiene concordancia con normas internacionales.

13. Bibliografía

13.1 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1992. Ley Federal sobre Metrología y Normalización. México, D.F.

13.2 Secretaría de Salud. Ley General de Salud. 1984. México, D.F.

13.3 Secretaría de Salud. 1988. Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios. México, D.F.

13.4 Secretaría de Salubridad y Asistencia. 1974. Anteproyecto de Normas Sanitarias. Dirección General de Control Sanitario de Alimentos, Bebidas y Medicamentos. México, D.F.

13.5 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1981. NORMA-Z-013/02. Guía para la Redacción, Estructuración y Presentación de las Normas Oficiales Mexicanas. México, D.F.

13.6 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. NOM-008-SCFI-1993. Sistema General de Unidades de Medida. México, D.F.

13.7 Reglamentaciones Técnico Sanitarias del Sector Alimentario Tomo I. A. Madrid Vicente, Ediciones Madrid. España. pp. 133, 134.

13.8 Code of Federal Regulations. 1989. Parts 170 to 199. USA.

13.9 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 1975. 14 Edition. APHA. Awwa. WPCF. USA.

13.10 Official Methods of Analysis 15a. Edition. 1990. Association of Official Analytical Chemists Vol. 1 925.55B pp. 334, 335.

13.11 Análisis Químico Cuantitativo Gilbert H. 1975. Ayres Haria, S.A. de C.V. México, D.F., pp. 644.

14. Observancia de la Norma

La vigilancia en el cumplimiento de la presente Norma corresponde a la Secretaría de Salud.

15. Vigencia

La presente Norma Oficial Mexicana entrará en vigor con su carácter de obligatorio a los ciento ochenta días siguientes a partir de su publicación en el Diario Oficial de la Federación.

Sufragio Efectivo. No Reelección.

México, D.F., a 29 de noviembre de 1994.- El Director General de Control Sanitario de Bienes y Servicios, José Meljem Moctezuma.- Rúbrica.

Apéndice normativo A

A Métodos de prueba

1 Determinación de cloruro de sodio

1.1 Fundamento

Se basa en la titulación de una muestra de sal, en donde se valoran los cloruros contenidos en ella, con una solución valorada de nitrato de plata, empleando cromato de potasio como indicador.

1.2 Materiales

Matraz Erlenmeyer de 250 ml

Bureta graduada en 0,1 ml

Balanza analítica con $\pm 0,01$ g de sensibilidad

1.3 Reactivos

Los reactivos que a continuación se indican deben ser grado analítico. Cuando se menciona agua debe entenderse agua destilada.

Solución valorada de nitrato de plata 0,1 N (AgNO_3)

Solución de cromato de potasio al 5% (KCrO_4)

1.4 Procedimiento

En un matraz Erlenmeyer pesar de 0,15 a 0,17 g de muestra, añadir 75 ml de agua hirviendo y dejar reposar de 10 a 15 minutos, agitando de vez en cuando hasta obtener una temperatura de 50 a 55°C (temperatura de valoración). Añadir 1 ml de solución indicadora de cromato de potasio al 5% mezclar agitando. Adicionar gota a gota nitrato de plata sin dejar de agitar hasta la aparición de un color pardo naranja permanente y detectable.

Hacer un ensayo en blanco siguiendo el procedimiento descrito anteriormente excluyendo la muestra.

1.5 Cálculos

$$0,0585 \times N (V_1 - V_0) \times 100$$

$$\% \text{ de NaCl} = m$$

En donde:

N = Normalidad de la solución de nitrato de plata

V₁ = ml gastados de nitrato de plata en la titulación

V₀ = ml gastados de nitrato de plata en el ensayo en blanco

m = Masa en gramos de la muestra empleada

0.0585 = miliequivalente del cloruro de sodio

2 Determinación de humedad

2.1 Fundamento

Cuando un producto es sometido a secado a una temperatura adecuada presenta una pérdida de peso, debido a la evaporación del agua.

2.2 Material

Balanza

Estufa a 250°C

Matraz Erlenmeyer de 125 ml

Embudo de vidrio de 3,5 cm de f y 7,8 cm de largo

2.3 Procedimiento

Pesar 10 g de muestra seca en un matraz Erlenmeyer de 120 ml seco y pesar el matraz y la muestra. Esparcir la muestra sobre el fondo del matraz por agitación suave e insertar un embudo pequeño en el cuello.

Calentar el matraz y la muestra por periodos de 1 hora a 250°C aproximadamente, hasta que 2 pesadas consecutivas coincidan en 5 mg.

Agitar ocasionalmente el matraz hasta que la muestra esté igualmente seca. Reportar las pérdidas de peso como % de humedad.

3 Determinación de residuos insolubles en agua

3.1 Fundamento

Después de haber disuelto la muestra en agua, se obtiene un residuo de sólidos no disueltos que se reportan como materia insoluble en agua.

3.2 Materiales

Balanza

Estufa a 110°C

Sistema de filtración al vacío

Matraz Kitazato

Vasos de precipitados de 250 ml

Crisol Gooch preparado con asbesto

Agitador de vidrio con gendarme de hule

3.3 Reactivos

Nitrato de plata (AgNO_3)

3.4 Procedimiento

Pesar 10 g de muestra en un vaso de 250 ml, adicionar 200 ml de agua destilada a temperatura ambiente, agitando frecuentemente por 30 minutos.

Filtrar a través de un gooch pesado con material de asbesto a 110°C. Transferir el residuo al gooch con ayuda de un gendarme de hule, usando una cantidad de agua no mayor de 50 ml de agua.

Lavar el residuo con 10 porciones de 10 ml de agua, hasta que 10 ml de filtrado muestren el descenso de un color opalescente por la adición de unas gotas de AgNO₃ en solución.

Secar el crisol gooch y mantener a peso constante a 110°C. Reportar el incremento del peso del gooch como "materia insoluble en agua" y reportar los resultados en por ciento sobre base seca.

Si la materia insoluble en agua es mayor de 0,1% determinar su naturaleza.

3.5 Cálculos

$$\% \text{ de materia insoluble} = \frac{C_m - C_v}{P_M} \times 100$$

PM

En donde:

C_m = peso del crisol gooch y asbesto con muestra

C_v = peso del crisol gooch y asbesto vacío

P_M = peso de la muestra

4 Determinación como ion yodo

4.1 Material

Vaso de precipitado de 100 ml

Probeta graduada de 50 ml

Agitador magnético

Pipeta graduada de 5 ml

Potenciómetro con escala en milivolts

Electrodo yodo

Agitador magnético

Balanza de precisión con + 0,1 mg de sensibilidad

Electrodo de referencia

4.2 Reactivos

Solución estándar de 1, 2,5 y 5,0 mg/l

(solución salina 100 g NaCl/l)

Solución de nitrato de sodio 5 M (NaNO₃)

4.3 Procedimiento

Pesar 5 g de sal en un vaso de precipitados de 100 ml. Adicionar 48 ml de agua y agitar hasta su disolución total. Agregar 1 mililitro de la solución de nitrato de sodio y agitar. Colocar los electrodos dentro de un vaso que contiene la muestra y tomar la lectura.

4.4 Cálculos

mg/kg I = lectura x 10

5 Determinación de yodato de sodio o potasio

(Cuando la sal ha sido adicionada de yodato de sodio o yodato de potasio).

5.1 Fundamento

Se basa en liberar el yodo en medio ácido y titularlo con tiosulfato de sodio.

5.2 Material

Balanza Analítica de $\pm 0,1$ mg de sensibilidad

Papel filtro Whatman No. 1 o similar

Matraces aforados de 100 y 250 ml

Matraces con tapón de vidrio esmerilado de 250 ml

Pipetas volumétricas de 1 y 50 ml

Pipetas graduadas de 5 y 10 ml

Microbureta de 5 ml graduada en décimas

Material común de laboratorio

5.3 Reactivos

Solución de ácido sulfúrico H₂SO₄ (1 + 10)

Disolver 1 volumen de ácido sulfúrico en 10 volúmenes de agua

Solución de yoduro de potasio (KI) al 10% recientemente preparada

Disolver 10 g de yoduro de potasio en agua y llevar el aforo en 100 ml (desecharle cuando se torne amarilla).

Solución control de yodato de potasio KIO₃

Pesar 0,25 g de yodato de potasio seco; disolver en agua y llevar al aforo de 250 ml

1 ml = 1 mg de KIO₃

Solución de almidón al 1%

Disolver 1 g de almidón en suficiente agua fría para hacer una parte suave, agregar 100 ml de agua caliente y hervir por un minuto con agitación.

Solución de tiosulfato de sodio 0,2 N Na₂S₂O₃ debidamente estandarizada.

Solución de tiosulfato de sodio 0,005 N de la solución anterior 0,1 N tomar 5 ml y llevar al aforo con agua a 100 ml.

5.4 Procedimiento

En matraz volumétrico de 250 ml, poner exactamente 50 g de sal y disolverlos con agua y completar el volumen, filtrar si es necesario.

Colocar alícuotas de 50 ml de la solución anterior en matraces de 250 ml, añadir 1 ml de ácido sulfúrico 1:10 y 5 ml de yoduro de potasio al 10%. Titular el yodo liberado con solución de tiosulfato de sodio 0,005 N, añadiendo 1 ml de indicador de almidón cerca del final de la titulación y al mismo tiempo se debe de correr un testigo de reactivos.

Los ml de tiosulfato de sodio gastados en la titulación del problema se le debe restar los ml gastados en la titulación del testigo de reactivos.

5.5 Cálculos

$$\text{mg KIO}_3/\text{kg} = A \times N \times 35,67 \times 1000$$

P

En donde:

A = ml de tiosulfato de sodio gastados en la titulación

N = normalidad del tiosulfato

P = Peso de la muestra

6 Determinación de yodo (cuando la sal ha sido adicionada de yoduro de sodio o yoduro de potasio)

6.1 Fundamento

Se basa en la oxidación del yodo con agua de bromo y titular el yodo liberado en medio ácido con tiosulfato de sodio.

6.2 Material

Balanza analítica de $\pm 0,1$ mg de sensibilidad

Placa caliente

Matraces aforados de 100, 250 y 1000 ml

Matraces con tapón de vidrio esmerilado de 150 ml

Vasos de precipitados de 100 y 600 ml

Pipetas volumétricas de 1 y 50 ml

Pipetas graduadas de 5 y 10 ml

Microbureta de 5 ml graduada en décimas

Material común de laboratorio

6.3 Reactivos

Acido clorhídrico 0,1N (HCl) debidamente estandarizado

Acido ortofosfórico (H₃PO₄) de 85% mínimo

Acido salicílico C₆H₄(OH)COOH

Solución de ácido sulfúrico (H₂SO₄), 1+10

Disolver un volumen de ácido sulfúrico en 10 volúmenes de agua.

Yoduro de Potasio KI

Solución de yoduro de potasio el 10% recientemente preparada

Disolver 10 g de yoduro de potasio en agua recientemente hervida y enfriada y llevar al aforo en 100 ml (desecharla cuando se torne amarilla).

Solución control de yoduro de potasio

Pesar 0,3270 g de yoduro de potasio y llevarlo a 250 ml con agua

Diluir 50 ml x de esta solución a 250 ml, usar 5 ml para control.

5 ml = 1,0 mg I y 1,308 mg KI

Dicromato de potasio K₂Cr₂O₇ grado estándar primario

Solución de almidón al 1% recientemente preparada

Disolver en agua fría un g de almidón soluble, agregar 100 ml de agua hirviendo y hervir por un minuto con agitación.

Agua de Bromo (Precaución): tomar en cuenta todas las recomendaciones para este reactivo.

Calcular el contenido de bromo (mg de Br/ml) titulando esta solución por el siguiente procedimiento: En un matraz con tapón de vidrio esmerilado que contenga 50 ml de agua, 5 ml de yoduro de potasio al 10% y 5 ml de ácido sulfúrico (1 + 9), agregar un volumen conocido de la solución de bromo y titular el yodo liberado con tiosulfato de sodio 0,1 N.

Solución de tiosulfato de sodio 0,1N ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Disolver 25 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en 1 l de agua, hervir suavemente durante 5 minutos y en caliente transferirlo a una botella de vidrio ámbar previamente lavada con mezcla crómica y enjuagada con agua hervida y que se haya comprobado que resiste el líquido caliente. Guardar en la obscuridad y en un lugar fresco. Si la solución no coincide ser 0,1 N, efectuar diluciones siempre con agua hervida y nunca regresar a la botella las porciones que no se usen.

Estandarización de la solución de tiosulfato de sodio 0,1N Pesar exactamente de 0,20 a 0,23 g de dicromato de potasio, grado estándar primario, secando a 100°C por 2 horas y pasar a un matraz con tapón de vidrio esmerilado. Disolver en 80 ml de agua libre de cloro que contenga 2 g de yoduro de potasio, agregar con agitación suave 20 ml de solución aproximadamente 0,1 N de ácido clorhídrico e inmediatamente dejar reposar en la obscuridad por 10 minutos, titular con la solución de tiosulfato, agregando solución de almidón cuando la mayor parte del yodo se haya consumido.

Normalidad= $\frac{\text{g K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times 1000/\text{ml gastados de Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 49,032}{\text{ml gastados}}$

Solución de tiosulfato de sodio 0,005 N

Prepararla diariamente diluyendo 5 ml de la solución anterior y llevar a 100 ml con agua.

1 ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,005 N= 0,1058 mg I

6.4 Procedimiento

Disolver 50 g de muestra en un matraz volumétrico de 250 ml con agua y llevar al aforo.

Tomar una alícuota de 50 ml en un vaso de precipitado de 600 ml, añadir unas gotas de anaranjado de metilo y neutralizar con 1 ml de ácido ortofosfórico concentrado.

Añadir agua de bromo goteando desde una bureta en cantidad equivalente a 20 mg de bromo libre (aproximadamente 3 ml).

Después de algunos minutos, destruir la mayor parte de bromo libre hirviendo hasta que desaparezca el color.

Adicionar con agitación 1 g de ácido salicílico y lavar con agua las paredes del vaso.

Añadir 1 ml de ácido sulfúrico 1:10 y 1 g de yoduro de potasio.

Titular el yodo liberado con solución de tiosulfato de sodio 0,005 N.

Cerca del final de la titulación cuando el color amarillo casi desaparezca, añadir 1 ml de la solución de almidón y titular hasta que el color azul desaparezca.

Corregir la determinación con un blanco de reactivos y hacer un control más, usando 50 ml de una solución al 20% de cloruro de sodio a la que se le deberán añadir cantidades apropiadas de la solución control de yoduro de potasio.

6.5 Cálculos

$$\text{mg I/Kg} = A \times N \times 0,1055 \times 1000$$

P

$$\text{mg KI/kg} = A \times N \times 0,1384 \times 1000$$

P

En donde:

A = ml de solución de tiosulfato de sodio 0,005 N gastados en la titulación

N = Normalidad del tiosulfato

P = Peso de la muestra

7 Determinación de flúor como ion flúor

(método del electrodo específico)

7.1 Fundamento

El electrodo específico consiste en una membrana de fluoruro de lantano y una referencia interna unidos en un cuerpo epóxico. El cristal es un conductor iónico en el cual solamente los iones fluoruro son móviles. Cuando la membrana entra en contacto con una solución de fluoruro se desarrolla un potencial de electrodo a través de la membrana. Este potencial depende del nivel de iones fluoruro libres en solución y es medido contra un potencial de referencia externo constante con un medidor de ion específico.

7.2 Materiales

Vasos de precipitados de 1000 ml

Vasos de precipitados de 25 ml

Matraz volumétrico de 1 litro

Matraces volumétricos de 100 ml

Pipetas volumétricas de 10 ml

Matraces volumétricos de 500 y 1000 ml

Vaso de precipitado de 1000 ml

Bureta de 50 ml

Material común de laboratorio

Potenciómetro con escala en milivolts

Electrodo específico de flúor

Electrodo de referencia (cuando no se cuenta con un electrodo de flúor combinado)

Agitador magnético

Balanza de precisión con + 0,1 mg de sensibilidad

Barra magnética

7.3 Reactivos

Acido acético glacial (C₂ H₄ O₂)

Cloruro de sodio (NaCl)

Fluoruro de sodio (NaF)

CDTA Acido trans-1 y 2- diamino ciclo hexano N,N,N',N'-tetracético

Hidróxido de sodio (Na OH) 6 N

Disolver en un matraz volumétrico de 500 ml 120 g de hidróxido de sodio en agua y llevar a la marca.

Solución stock de flúor

Disolver 221,0 mg de fluoruro de sodio (secado a 105°C por 2 horas) y llevar a volumen de 1 litro con agua. 1 ml de esta solución equivale a 0,1 mg o 100 ppm de ion flúor

Solución TISAB

En un vaso de precipitado de 1 litro agregar 500 ml de agua, adicionar 57 ml de ácido acético glacial, mezclar perfectamente y agregar 58 g de cloruro de sodio, disolver con un agitador magnético y por último agregar 4 g de ácido trans-1,2-diamino ciclo hexano N,N,N' tetracético.

Colocar en un baño de agua fría, agregar lentamente aproximadamente 125 ml de solución 6N de hidróxido de sodio con agitación continua hasta un pH entre 5,0 y 5,5, transferir a un matraz volumétrico de 1 litro y llevar a volumen.

7.4 Procedimiento

Curva patrón

A partir de la solución stock de flúor (1ml 0,1 mg F⁻).

Preparar solución con concentraciones de:

0,001, 0,01, 0,020, 0,030 y 0,040 mg. de ion flúor 1ml; midiendo 1, 10, 20, 30, y 40 ml de la solución stock en matraces volumétricos de 100 ml y llevando a la marca con agua.

Preparación de la muestra

Pesar 10 g de la muestra de sal perfectamente homogénea y colocarla cuantitativamente en un matraz volumétrico de 100 ml, disolver con agua y llevar al volumen.

Determinación

Después de calibrar el potenciómetro como lo indica el manual del equipo, leer cada uno de los puntos de la curva patrón procediendo de la siguiente manera:

Tomar 10 ml (con pipeta volumétrica) de cada una de las concentraciones de la curva en vasos de precipitados de 25 ml debidamente marcados y adicionar a cada uno 10 ml de la solución TISAB. Introducir el electrodo de ion específico y agitar magnéticamente por 3 minutos, cuando la lectura se estabilice en la pantalla anotar el potencial medido en milivolts por cada uno de los puntos de la curva.

Seguir el mismo procedimiento con las muestras por analizar.

7.5 Cálculos

De las lecturas obtenidas para cada uno de los puntos de la curva se grafica el logaritmo de la concentración contra las lecturas en milivolts. Se obtiene una recta que tiene la siguiente ecuación general:

$$Y = mx + b$$

En donde:

Y= logaritmo de la concentración de F⁻ en mg

m= pendiente de la recta obtenida

b= ordenada al origen

Hacer un ajuste por mínimos cuadrados para obtener estos datos.

Para obtener la concentración en mg de cada una de las muestras sustituimos la lectura obtenida en la ecuación de la curva.

Se relaciona la concentración obtenida para la porción de muestra usada y se calcula para 1000 g de muestra obteniendo las ppm de ion flúor.

Otra forma de calcular sería graficando en papel semilogarítmico de 2 ciclos, las lecturas del potencial medido en milivolts de cada uno de los puntos de la curva patrón contra la concentración en mg de ion flúor e interpolar el potencial medido en milivolts de cada una de las muestras para obtener la concentración en mg de ion flúor en la curva, convertir a mg/g.

7.6 Físicas y químicas

SAL YODADA SAL YODADA SAL YODADA SAL YODADA SAL YODADA

REFINADA COMUN EN GRANO FLUORURADA FLUORURADA

MOLIDA REFINADA EN GRANO

Mín Máx Min Máx Mín Máx Mín Máx Mín Máx

HUMEDAD (%) 0,3 0,3 0,3 0,3 0,3 0,3

RESIDUOS INSOLUBLES 0,5 0,5 0,5 0,5 0,5

EN AGUA (%)

CLORURO DE SODIO * 98,6 97,5 97,5 98,6 97,5

NaCl (%)

SULFATOS COMO ION 0,2 1,0 2,0 0,2 2,0

SO₄= (%)

MAGNESIO COMO ION 0,2 0,4 0,6 0,2 0,6

Mg²⁺ (%)

CALCIO COMO ION 0,2 0,4 0,5 0,2 0,5

Ca²⁺ (%)

NITRITOS Y NITRATOS 20 20 20 20 20

(NO₃-) (NO₂) mg/kg

YODO COMO ION YODO 20 40 20 40 20 40 20 40 20 40

I- mg/kg

YODATO DE SODIO 31 62 31 62 31 62 31 62 31 62

(NaIO₃) mg/kg

YODATO DE POTASIO 34 68 34 68 34 68 34 68 34 68

(KIO₃) mg/kg

YODURO DE SODIO 24 48 24 48 24 48 24 48 24 48

(NaI) mg/kg

YODURO DE POTASIO 26 52 26 52 26 52 26 52 26 52

(KI) mg/kg

FLUOR COMO ION 200 300 200 300

FLUOR F- mg/kg

FLUORURO DE SODIO 442 663 442 663

(NaF) mg/kg

FLUORURO DE POTASIO 610 915 610 915

(KF) mg/kg

* En base seca antes de adicionar aditivos y reactivos.

8 Determinación de calcio y magnesio

8.1 Fundamento

El ácido etilen diamino tetracético o sus sales se combinan con el calcio y el magnesio formando complejos, los que con un indicador apropiado cambian de color a un pH de 12 o 13 (por este método los dos elementos se calculan como calcio).

8.2 Material

Agitador magnético y barra agitadora

Matraces volumétricos de 1000 ml

Vasos de precipitados de 400 ml

Pipetas volumétricas de 1 y 50 ml

Bureta de 10 ml graduada en décimas

Papel filtro Whatman número 1 o equivalente

Material común de laboratorio

8.3 Reactivos

Acido clorhídrico (H Cl) de 36,5 -38,0% de pureza

Hidróxido de amonio concentrado (NH_4OH)

Cloruro de Amonio (NH_4Cl)

Solución indicadora de negro de eriocromo TS

Carbonato de calcio (Ca CO_3) grado estándar primario.

8.3.1 Preparación de soluciones

8.3.1.1 Solución de cianuro de potasio KCN (1 en 20) m/v

Disolver 1 g de cianuro de potasio en 20 ml de agua

8.3.1.2 Solución de sulfato de magnesio ($\text{Mg SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

Disolver 2,6 g de sulfato de magnesio con suficiente agua en un matraz volumétrico de 100 ml y llevar a volumen.

8.3.1.3 Solución estándar de la sal disódica del ácido etilen diamino tetracético ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) EDTA. Disolver 4,0g de sal disódica de EDTA en un matraz de 1000 ml con agua y llevar al volumen.

8.3.1.4 Solución amortiguadora

Esta solución se prepara en dos fases.

Fase inicial: Disolver en un matraz aforado de 1 l, 67,5 g de cloruro de amonio en 570 ml de hidróxido de amonio, usar 2 ml de esta solución en la siguiente valoración.

Valoración: En un vaso de precipitado de 400 ml colocar una alícuota de 50 ml de la solución de sulfato de magnesio, adicionar 200 ml de agua, 2 ml de la solución amortiguadora (la que se prepara en la fase inicial), 1 ml de la solución de cianuro de potasio (1 en 20) y 5 gotas de la solución indicada de negro de eriocromo. Titular con la solución estándar de EDTA agitando siempre con un agitador magnético a un punto final azul. Anotar este gasto que representa el volumen T en mililitros de la solución estándar de EDTA equivalente a 50 ml de la solución de sulfato de magnesio.

Fase final: Al matraz que contiene el cloruro de amonio disuelto en hidróxido de amonio, agregar 50 ml de la solución de sulfato de magnesio y exactamente el volumen T en mililitros de la solución estándar de EDTA que se obtuvo en la valoración anterior, diluir a 1000 ml con agua y mezclar.

Estandarización de la solución de EDTA

Pesar con exactitud 1 g de carbonato de calcio grado estándar de 1 l, disolver en 800 ml de agua que contenga 5 ml de ácido clorhídrico concentrado, llevar al volumen y mezclar. Tomar una alícuota de 25 ml en un vaso de 400 ml y adicionar 200 ml de agua, 2 ml de solución amortiguadora (fase final), 1 ml de la solución de cianuro de potasio (1 en 20) y 20 gotas de la solución indicadora de negro de eriocromo. Titular con la solución estandarizada de EDTA con constante agitación a un punto final azul.

Calcular el factor F encontrando los mg de calcio equivalentes a 1 ml de solución estándar de EDTA por la siguiente fórmula.

$$F = 10,011 \times W$$

V1

En donde:

W = peso exacto en g de carbonato de calcio

V1= Volumen de la solución de EDTA, gastados en la titulación

8.4 Procedimiento

8.4.1 Preparación de la muestra

8.4.1.1 Para sal refinada

Transferir 10 g de muestra en un vaso de 400 ml y disolverla en 100 ml de agua, si se encuentra presente alguna materia extraña, filtrar y enjuagar cuantitativamente, diluir la solución o el filtrado a 200 ml con agua.

8.4.1.2 Para sal en grano (solar)

Transferir 50 g de la muestra en un matraz volumétrico de 500 ml, disolver en 400 ml de agua que contenga 2 ml de ácido clorhídrico concentrado, diluir al volumen con agua y mezclar. Filtrar una alícuota de 50 ml, transferir un volumen de 10 ml del filtrado a un vaso de precipitado de 400 ml y agregar 190 ml de agua.

8.4.1.3 A la muestra preparada según 8.4.1.1 y 8.4.1.2, añadir 5 ml de la solución amortiguadora (fase final) y 1 ml de la solución de cianuro de potasio (1 en 20) y 5 gotas de la solución indicadora de negro de eriocromo.

Titular agitando constantemente con la relación estándar de EDTA a un vire final azul, anotando el gasto en ml (V).

8.5 Cálculos

Calcular los mg/kg de calcio y magnesio (ambos expresados como calcio) en la muestra por la siguiente fórmula:

$$\text{Ca y Mg (mg/kg)} = V \times F \times 1000$$

W

En donde:

V = Volumen en ml de la solución estándar de EDTA gastados en la titulación

F = Factor (mg de Ca equivalente a 1 ml de la solución estándar de EDTA)

W = Peso de la muestra tomado en la titulación

México, D.F., a 29 de noviembre de 1994.- El Director General de Control Sanitario de Bienes y Servicios, José Meljem Moctezuma.- Rúbrica