



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-F-461-1984

**ALIMENTOS - ALIMENTOS PARA INFANTES Y NIÑOS DE
CORTA EDAD - ACIDO ASCORBICO - METODO DE PRUEBA**

*FOODS - FOODS FOR INFANTS AND CHILDREN ASCORBIC ACID-
METHOD OF TEST*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

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

- PRODUCTOS GERBER DE MEXICO, S. A.

- CONSERVAS GUAJARDO, S. A.

- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACION
Departamento de Normas.

ALIMENTOS - ALIMENTOS PARA INFANTES Y NIÑOS DE CORTA EDAD -
ACIDO ASCORBICO - METODO DE PRUEBA

FOODS FOODS FOR INFANTS AND CHILDREN ASCORBIC ACID-
METHOD OF TEST

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Oficial Mexicana establece el procedimiento para determinar el contenido de Vitamina C como ácido ascórbico reducido en alimentos para infantes y niños de corta edad.

2 FUNDAMENTO

Se basa en la extracción del ácido ascórbico mediante ácidos que contienen E.D.T.A. para formar un quelato. Las extracciones son tituladas con un colorante preparado a partir de una solución de ácido ascórbico, el cual se reduce a incoloro.

El punto final se indica con un exceso de colorante que da un color rosa en solución ácida.

3 REACTIVOS Y MATERIALES

3.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan, deben ser grado analítico; cuando se indique agua, debe entenderse agua destilada:

- Acido metafosfórico al 6% y 3%
- E.D.T.A., 0.005 M Y 0. 0025 M
- Acido oxálico al 0.5 %
- 2,6 Diclorofenolindofenol al 0.025 %
- Bicarbonato de sodio
- Nitrógeno
- Acido ascórbico 0. 2 mg/1 cm³
- Tolueno

- Florisil
- Alcohol caprílico
- Acido tricloroacético 30% P/V

3.1.1 Preparación de reactivos

- Acidos de "Extracción"

a) Acido metafosfórico al 6% + E.D.T.A. 0.005 M (Disolver 60 g de ácido metafosfórico en agua destilada, después adicionar 1.89 g de E.D.T.A y aforar a 1000 cm³. Rociar con nitrógeno hasta saturar, tapar y almacenar en refrigerador. Preparar una solución cada semana).

b) Acido oxálico al 0.5% + E.D.T.A. 0.005 M (Disolver 1.89 g de E.D.T.A. en agua destilada, añadir 5g de ácido oxálico y aforar a 1000 cm³. Rociar con nitrógeno hasta saturar, tapar y almacenar en el refrigerador. Guardar por varias semanas).

- Acido para "Diluir"

a) Acido metafosfórico al 3% + E.D.T.A. 0.0025 M (Diluir el ácido para extracción en agua destilada en proporción 50: 50. Preparar uno diario).

b) Acido oxálico a 0.5% + E.D.T.A. 0.005 M (Lo mismo que con el ácido para extracción).

- 2,6 Diclorofenolindofenol al 0.025%

a) Disolver 100 mg de sal disódica en aproximadamente 350 cm³ de agua caliente que contenga 85 mg de bicarbonato de sodio. Filtrar enfriar y diluir a 400 cm³.

b) Rociar con nitrógeno hasta saturar, refrigerar en botella ámbar.

c) Preparar uno semanalmente o cada vez que sea necesario para prevenir descomposición.

d) Para usar, tomar solo la cantidad necesaria, después rociar con nitrógeno y regresar rápido al refrigerador.

e) Dejar que la porción que se sacó, tome la temperatura del ambiente antes de usar. Descartar las porciones que no se usaron (no se deben regresar a la botella).

- Acido ascórbico, 0.2 mg/1 cm³

a) Disolver 100 mg de cristales de ácido ascórbico en un ácido para diluir y hacer una solución de 500 cm³ con el mismo ácido. Usar inmediatamente para valorar la solución colorante.

b) La solución valorada puede conservarse en refrigeración, si se rocía con nitrógeno hasta saturar y se cubre con tolueno.

c) Si se refrigera, sacar sólo la cantidad necesaria para una o dos valoraciones 6 o 12 cm³, después rociar la solución con nitrógeno y regresar al refrigerador rápidamente.

d) Dejar que la porción tome la temperatura del ambiente antes de tomar una alícuota de 5 cm³ que se necesitan. Desechar la porción que no se usó.

- Florisil, 60-100 mallas, activado a 307.66 K (34.66°C).

- Acido tricloroacético, al 30% P/V. Disolver 30 g en 100 cm³ de volumen.

3.2 Materiales

- Matraces volumétricos de 100 y 500 cm³

- Pipetas volumétricas de 5 y 10 cm³

- Embudos para filtrar y/o centrífugos

- Papel filtro, Whatman No. 11

- Matraces Erlenmeyer de 50 cm³

- Microbureta de 10 cm³

- Material común de laboratorio

4 APARATOS Y EQUIPOS

Los aparatos que a continuación se indican deben ser calibrados antes de su operación:

- Balanza de torsión o equivalente.

4.1 Equipo

- Mezclador de porcelana con tapa modificada para permitir la salida de nitrógeno.

- Columna para cromatografía de 9 mm x 14 cm
- Adaptador de vacío.

5 PROCEDIMIENTOS

5.1 Método General

Pesar 200-300 g de una muestra recién abierta, con un peso igual al ácido de extracción apropiado.

Mezclar durante 5 minutos a alta velocidad con una atmósfera protectora de nitrógeno.

Dejar reposar la pasta. Pesar de 10 a 40 g de pasta (lo que representa de 5 a 20 g de la muestra actual) en un matraz de 100 cm³.

Para muestras que son homogéneas (sopas, jugos, fórmulas, etc.).

Tomar una alícuota de 10 cm³ de muestra (jugos o líquidos) o pesar 10 g (purés), sacados de un frasco recién abierto.

Transferir a un matraz de 100 cm³ que contenga 25 cm³ del ácido para diluir (los purés deben llevarse del frasco al matraz con el ácido para diluir sin ningún retraso).

Agitar suavemente para dispersar la muestra hasta que adquiriera consistencia con el ácido para diluir (una gota de alcohol caprílico actuará como agente antiespumante) mezclar e invertir el matraz (evitando entrada de aire).

Dejar reposar lo suficiente para la formación del quelato o de hierro, por lo general de 15 a 20 minutos para productos enriquecidos con hierro.

Dejar reposar de 30 a 45 minutos los productos de alto nivel de carne, extraídos con ácidos metafosfórico-E.D.T.A.

Si ni la proteína o el hierro es un factor, entonces dejar reposar para facilitar la filtración (omitir el reposo si se usa centrifugado).

Filtrar y/o centrifugar el líquido sobrenadante.

Si el extracto es rojo, se debe decolorar para evitar el ocultamiento del producto final.

Preparar la columna cromatográfica con aproximadamente 8 cm de florisil encima de un fondo de fibra de vidrio.

Conectar el fondo de la columna al adaptador de vacío y al matraz volumétrico.

Pasar filtrando a la columna y aplicar el vacío lentamente.

Recolectar aproximadamente 30 a 40 cm³ por elución (no dejar que la columna se seque o jale a través de la columna). Pasar la elución antes que el color se eluya.

Tomar una alícuota de 10 cm³ (filtrar y eluir en un matraz Erlenmeyer de 50 cm³).

Titular rápidamente con una microbureta de 10 cm³, usando solución colorante de indofenol.

Valorar la solución colorante después de la titulación.

$$\text{Cálculos: mg/100 g ó cm}^3 = \frac{V \times T \times 10 \times 100}{S}$$

Donde:

V = cm³ de colorante usando para titular la alícuota de la muestra diluida.

T = Acido ascórbico equivalente del colorante = 1/cm³ de colorante requerido para titular un mg de ácido ascórbico.

S = Peso de la muestra en cm³ (jugo) ó g.

10 = Factor de la alícuota usado en el momento en que se diluye la muestra a 100 x 10 cm³. Si se titula una alícuota diferente, sustituir el factor calculado de la siguiente manera:

$$\text{Factor de alícuota} = \frac{\text{Volumen hecho}}{\text{Alícuota titulada}}$$

5.2 Método de control rápido para jugos

Añadir 15 cm³ de ácido metafosfórico al 3% a un matraz de 50 cm³.

Pipetear 5 cm³ de jugo de un frasco recién abierto, directamente al ácido.

Llevar a un volumen con el mismo ácido.

Mezclar e invertir (no agitar, ni permitir la entrada de aire)

Si el jugo no está claro, la muestra deberá centrifugarse

Tomar una alícuota de 10 cm³ y vertirla en un Erlenmeyer de 50 cm³ Titular rápidamente con una microbureta de 10 cm³.

Usar solución colorante valorada.

$$\text{Cálculos: } V \times T \times 100 = \text{mg}/100 \text{ cm}^3$$

5.3 Método del control rápido para los jugos de color.

Preparar una columna de cromatografía con 8 cm de florisil sobre un fondo de fibra de vidrio.

Conectar la columna a un matraz de 50 cm³ (que contenga 15 cm³ de ácido para diluir) por medio de un adaptador de vacío.

Pipetear 5 cm³ de jugo de un frasco recién abierto directamente a la columna.

Aplicar el vacío lentamente.

Antes de que el nivel del líquido alcance la parte superior del florisil, añada 5 cm³ de ácido metafosfórico al 3%.

Repetir con 3 porciones más de 5 cm³ del mismo ácido, añadir cada porción conforme el nivel del líquido, alcance la parte superior del florisil (No dejar que la columna se seque, ni que entre aire, ni que el color se eluya).

Llevar a un volumen con el mismo ácido para diluir, mezclar e invertir (No agitar y evitar la entrada de aire).

Pipetear inmediatamente la alícuota de 10 cm³ dentro de un Erlenmeyer de 50 cm³.

Titular rápidamente con una microbureta de 10 cm³ usando solución colorante valorada.

$$\text{Cálculos: } V \times T \times 100 = \text{mg}/100 \text{ cm}^3$$

6 EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de Vitamina C en forma de ácido ascórbico reducido en la muestra se calcula con las siguientes fórmulas expresadas en mg/100 cm³.

$$\text{mg}/100 \text{ g } 0 \text{ cm}^3 = \frac{V \times T \times 10 \times 100}{S}$$

$$\text{mg}/100 \text{ cm}^3 = V \times T \times 100$$

7 BIBLIOGRAFIA

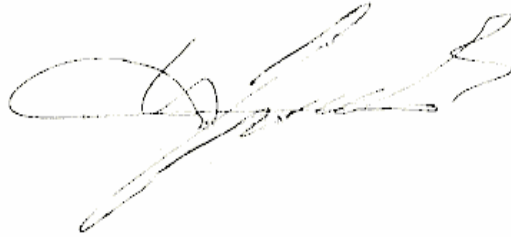
NOM-Z-13-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de las Normas Oficiales Mexicanas.

8 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma no coincide con ninguna norma internacional por no existir sobre el tema.

México, D.F., Julio 31, 1984

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Hector Bayardo Moreno', written in a cursive style.

LIC. HECTOR VICENTE BAYARDO MORENO