

ORDEN DE 2 DE AGOSTO DE 1991 POR LA QUE SE APRUEBAN LAS NORMAS MICROBIOLÓGICAS, LOS LÍMITES DE CONTENIDO EN METALES PESADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE METALES PESADOS PARA LOS PRODUCTOS DE LA PESCA Y DE LA ACUICULTURA.

EL REAL DECRETO 1521/1984, DE 1 DE AGOSTO (<BOLETÍN OFICIAL DEL ESTADO> DEL 22), POR EL QUE SE APRUEBA LA REGLAMENTACIÓN TÉCNICO-SANITARIA DE LOS ESTABLECIMIENTOS Y PRODUCTOS DE LA PESCA Y ACUICULTURA CON DESTINO AL CONSUMO HUMANO, EN SU ARTÍCULO 24 DISPONE QUE LAS NORMAS MICROBIOLÓGICAS, ESPECIFICACIONES BIOQUÍMICAS Y TOLERANCIAS EN EL CONTENIDO DE METALES PESADOS PARA TODOS LOS PRODUCTOS DE LA PESCA, SE DETERMINARÁN POR LA SUBSECRETARÍA DE SANIDAD Y CONSUMO, PREVIO INFORME PRECEPTIVO DE LA COMISIÓN INTERMINISTERIAL PARA LA ORDENACIÓN ALIMENTARIA, Y UNA VEZ QUE HAYAN SIDO OÍDOS LOS SECTORES AFECTADOS. CONSECUENTEMENTE CON LA HABILITACIÓN CITADA EN EL PÁRRAFO ANTERIOR, SE ESTABLECEN LAS NORMAS MICROBIOLÓGICAS DE LOS DIFERENTES PRODUCTOS DE LA PESCA Y ACUICULTURA POR GRUPOS, PRESENTACIONES, FRESCOS O CONGELADOS, Y, EN RAZÓN DE SU TRATAMIENTO, EN CONSERVA, AHUMADOS, SALAZONES Y SIMILARES, ASÍ COMO LOS LÍMITES DEL CONTENIDO EN METALES PESADOS Y LOS CORRESPONDIENTES MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE ESTOS.

TODO ELLO SIN QUE LO DISPUESTO EN ESTA DISPOSICIÓN SEA OBSTÁCULO AL PRINCIPIO DE LA LIBRE CIRCULACIÓN DE MERCANCÍAS, ESTABLECIDO EN LOS ARTÍCULOS 30 Y 36 DEL TRATADO CONSTITUTIVO DE LA COMUNIDAD ECONÓMICA EUROPEA.

LA PRESENTE ORDEN SE DICTA AL AMPARO DE LO DISPUESTO EN LOS ARTÍCULOS 149.1.16. DE LA CONSTITUCIÓN ESPAÑOLA Y 40.2 DE LA LEY 14/1986, DE 25 DE ABRIL, GENERAL DE SANIDAD.

EN SU VIRTUD, OÍDOS LOS SECTORES AFECTADOS Y PREVIO INFORME PRECEPTIVO DE LA COMISIÓN INTERMINISTERIAL PARA LA ORDENACIÓN ALIMENTARIA, HE DISPUESTO:

ARTÍCULO 1. LAS NORMAS MICROBIOLÓGICAS PARA LOS PRODUCTOS DE LA PESCA Y ACUICULTURA CITADAS A CONTINUACIÓN QUEDAN ESTABLECIDAS EN LA FORMA SIGUIENTE:

1.1 PRODUCTOS FRESCOS, SALPRESADOS, REFRIGERADOS Y CONGELADOS:
RECUENTO DE COLONIAS AERÓBIAS MESÓFILAS (31 C+1 C): MAX. 1X10⁶/G.
<ENTEROBACTERIACEAE> TOTALES: MAX. 1X10³/G.

<SALMONELLA>-<SHIGELLA>:

AUS/25 G.

1.2 PRODUCTOS SECO-SALADOS, SALAZONES Y DESECADOS: RECUENTO DE COLONIAS AERÓBIAS MESÓFILAS (31 C+1 C): MAX. 1X10⁵/G.
<ENTEROBACTERIACEAE> TOTALES: MAX. 1X10²/G.

<SALMONELLA>-<SHIGELLA>: AUS/25 G.

1.3 PRODUCTOS COCIDOS:

RECUENTO DE COLONIAS AERÓBIAS MESÓFILAS (31 C+1 C): MAX. 1X10⁵/G.
<ENTEROBACTERIACEAE> TOTALES: MAX. 1X10³/G.

<SALMONELLA>-<SHIGELLA>: AUS/25 G.

<STAPHYLOCOCCUS AUREUS> ENTEROTOXIGÉNICO (1):

MAX. 1X10²/G.

(1) BIOTIPOS COAGULASA, DN SA Y FOSFATASA POSITIVOS.

1.4 SEMICONSERVAS EN VINAGRE:

RECUENTO DE COLONIAS AERÓBIAS MESÓFILAS (31 C+1 C): MAX. 1X10³/G.
<ENTEROBACTERIACEAE> TOTALES: MAX. 1X10²/G.

<SALMONELLA>-<SHIGELLA>: AUS/25 G.

1.5 ANCHOAS EN ACEITE:

ESTE TIPO DE PRODUCTOS SE SOMETERA A PREINCUBACION DURANTE DIEZ DIAS A 17 C.

RECUENTO DE COLONIAS AEROBIAS MESOFILAS (31 C+-1 C): MAX. 1X10 5/G.

RECUENTO DE ANAEROBIOS: MAX. 1X10 4/G.

<ENTEROBACTERIACEAE> TOTALES: AUS/G.

<STAPHYLOCOCCUS AUREUS> ENTEROTOXIGENICO (1): AUS/G.

TOXINA DE <CLOSTRIDIUM BOTULINUM>: AUS.

(1) BIOTIPOS COAGULASA, DN SA Y FOSFATASA POSITIVOS.

EN EL ACTA DE TOMA DE MUESTRAS DEBERAN REFLEJARSE LAS CONDICIONES DE CONSERVACION DE LA MUESTRA Y LA FECHA DE CONSUMO PREFERENTE.

EL ANALISIS DE LOS TRES EJEMPLARES DEBERA ESTAR INICIADO ANTES DE FINALIZAR SU FECHA DE CONSUMO PREFERENTE.

1.6 PRODUCTOS AHUMADOS:

1. PARA ENVASES METALICOS, ESTE TIPO DE PRODUCTOS SE SOMETERA A PREINCUBACION DURANTE DIEZ DIAS A 17 C.

2. PARA ENVASES EMPAQUETADOS AL VACIO, ESTE TIPO DE PRODUCTOS SE SOMETERA A PREINCUBACION DURANTE TRES DIAS A 17 C.

3. LA TOMA DE MUESTRAS EN LOS PRODUCTOS AHUMADOS SE HARA POR TRIPLICADO, SEGUN LA LEGISLACION VIGENTE Y DE ACUERDO CON LOS METODOS SIGUIENTES:

A) COMO NORMA GENERAL SE TOMARAN CINCO UNIDADES DEL MISMO LOTE PARA CADA UNO DE LOS TRES EJEMPLARES DE LA MUESTRA. CADA UNIDAD ESTARA CONSTITUIDA POR UN ENVASE ORIGINAL E INTEGRO. PARA LAS MUESTRAS TOMADAS SEGUN ESTE APARTADO LAS TOLERANCIAS SERAN LAS INDICADAS A CONTINUACION:

N/C/M/M

RECUENTO DE COLONIAS AEROBIAS MESOFILAS (31 C+-1 C)/5/3/1X10 5/G/1X10 6/G

<ENTEROBACTERIACEAE> TOTALES/5/3/1X10 2/G/1X10 3/G

<SALMONELLA>-<SHIGELLA> /5/0/AUS/25 G/0

<STAPHYLOCOCCUS AUREUS> ENTEROTOXIGENICO (1)/5/2/1X10 1/G/2X10 1/G

(1) BIOTIPOS COAGULASA, DN SA Y FOSFATASA POSITIVOS.

N = NUMERO DE UNIDADES QUE COMPLETAN LA MUESTRA.

C = NUMERO DE MUESTRAS QUE PUEDEN REBASAR EL LIMITE <M> SIN SER SUPERIOR AL LIMITE <M>.

M = LIMITE MICROBIOLOGICO QUE UNICAMENTE <C> DE LAS <N> MUESTRAS PUEDEN SOBREPASAR.

M = NIVEL LIMITE DE ACEPTABILIDAD.

B) EXCEPCIONALMENTE, EN LOS SUPUESTOS QUE NO FUERA POSIBLE TOMAR EL NUMERO DE MUESTRAS INDICADO EN EL APARTADO A) POR FALTA DE CANTIDAD SUFICIENTE DE UN MISMO LOTE, SE TOMARA UNA UNIDAD PARA CADA EJEMPLAR DE LA MUESTRA. PARA LAS MUESTRAS TOMADAS SEGUN ESTE APARTADO LAS TOLERANCIAS SERAN LAS INDICADAS A CONTINUACION:

RECUENTO DE COLONIAS AEROBIAS MESOFILAS (31 C+-1 C): MAX. 1X10 6/G.

<ENTEROBACTERIACEAE> TOTALES:

MAX. 1X10 3/G.

<SALMONELLA>-<SHIGELLA>: AUS/25 G.

<STAPHYLOCOCCUS AUREUS> ENTEROTOXIGENICO (1): MAX. 2X10 1/G.

TOXINA DE <CLOSTRIDIUM BOTULINUM>:

AUSENCIA.

(1) BIOTIPOS COAGULASA, DN SA Y FOSFATASA POSITIVOS.

EN EL ACTA DE TOMA DE MUESTRAS DEBERAN REFLEJARSE LAS CONDICIONES DE CONSERVACION DE LA MUESTRA Y LA FECHA DE CONSUMO PREFERENTE.

EL ANALISIS DE LOS TRES EJEMPLARES DEBERA ESTAR INICIADO ANTES DE FINALIZAR SU FECHA DE CONSUMO PREFERENTE.

1.7 PRODUCTOS EN CONSERVA:

LOS PRODUCTOS CONSERVADOS NO DEBERAN SOBREPASAR LAS SIGUIENTES LIMITACIONES MICROBIOLÓGICAS:

1.

AUSENCIA DE MICROORGANISMOS QUE CREZCAN Y SE MULTIPLIQUEN, PREVIAS LAS PRUEBAS DE PREINCUBACION, DURANTE TREINTA DIAS A 31 C+1 C Y DIEZ DIAS A 44 C.

2. FLORA ESPORULADA: MAXIMO 10 ESPOROS DE <BACILLACEAE> TERMOESTABLES, NO PATOGENOS, NO TOXIGENICOS E INCAPACES DE ALTERAR LA CONSERVA.

3.

AUSENCIA DE TOXINA BOTULINICA EN TODO EL CONTENIDO DEL ENVASE.

EN EL ACTA DE TOMA DE MUESTRAS DEBERAN REFLEJARSE LAS CONDICIONES DE CONSERVACION DE LA MUESTRA Y LA FECHA DE CONSUMO PREFERENTE.

EL ANALISIS DE LOS TRES EJEMPLARES DEBERA ESTAR INICIADO ANTES DE FINALIZAR SU FECHA DE CONSUMO PREFERENTE.

ART. 2. LOS LIMITES MAXIMOS DE CONTENIDO EN METALES PESADOS EN LA PARTE COMESTIBLE, EXPRESADOS EN MASA HUMEDA, PARA LOS PRODUCTOS DE LA PESCA Y ACUICULTURA CITADOS A CONTINUACION, QUEDAN ESTABLECIDOS EN LA FORMA SIGUIENTE:

2.1 PESCADOS Y CEFALOPODOS FRESCOS, CONGELADOS, EN CONSERVA Y EN SEMICONSERVA:

CADMIO: 1 PPM.

COBRE: 20 PPM.

MERCURIO:

1 PPM.

PLOMO:

PESCADOS Y CEFALOPODOS FRESCOS Y CONGELADOS: 2 PPM.

PESCADOS Y CEFALOPODOS EN CONSERVA Y SEMICONSERVA: 3 PPM.

ESTAÑO: PARA CONSERVAS Y SEMICONSERVAS, 250 PPM.

2.2 MOLUSCOS BIVALVOS Y GASTEROPODOS EN TODAS SUS PRESENTACIONES:

CADMIO: 1 PPM.

COBRE: 20 PPM (PARA LA OSTRA Y COQUINA, 60 PPM).

MERCURIO: 1 PPM.

PLOMO: 5 PPM.

ESTAÑO: PARA CONSERVAS, 250 PPM.

2.3 CRUSTACEOS EN TODAS SUS PRESENTACIONES:

CADMIO: 1 PPM.

COBRE: 20 PPM.

MERCURIO: 1 PPM.

PLOMO: 1 PPM.

ESTAÑO: PARA CONSERVAS, 250 PPM.

ART. 3. LOS LIMITES MAXIMOS DE BIOTOXINAS PARA LOS MOLUSCOS BIVALVOS EN TODAS SUS PRESENTACIONES QUEDAN ESTABLECIDOS EN LA FORMA SIGUIENTE:

BIOTOXINA HIDROSOLUBLE: 80 MICROGRAMOS POR 100 GRAMOS DE PRODUCTOS (POR BIOENSAYO EN RATON).

BIOTOXINA LIPOSOLUBLE: AUSENCIA POR 100 GRAMOS DE PRODUCTO.

ART. 4. LOS METODOS DE ANALISIS DE METALES PESADOS PARA LOS PRODUCTOS DE LA PESCA Y ACUICULTURA SERAN LOS QUE FIGURAN EN EL ANEXO I.

ART. 5. IMPORTACION. NO OBSTANTE, LAS EXIGENCIAS DE ESTA DISPOSICION NO SE APLICARAN A LOS PRODUCTOS DE IMPORTACION LEGAL Y LEALMENTE FABRICADOS Y COMERCIALIZADOS EN LOS RESTANTES ESTADOS MIEMBROS DE LA COMUNIDAD ECONOMICA EUROPEA. LOS CITADOS PRODUCTOS, Y SIEMPRE QUE NO SUPONGAN RIESGOS PARA LA SALUD HUMANA, Y NO AFECTEN A LA APLICACION DEL ARTICULO 36 DEL TRATADO CONSTITUTIVO DE LA COMUNIDAD ECONOMICA EUROPEA, PODRAN SER COMERCIALIZADOS EN ESPAÑA CON LA CORRESPONDIENTE DENOMINACION DE VENTA, DE ACUERDO CON LO DISPUESTO EN EL ARTICULO 5. DE LA DIRECTIVA 79/112/CEE DEL CONSEJO, DE 18 DE DICIEMBRE DE 1978, RELATIVA A LA APROXIMACION DE LAS LEGISLACIONES DE LOS ESTADOS MIEMBROS EN MATERIA DE ETIQUETADO, PRESENTACION Y PUBLICIDAD DE LOS PRODUCTOS ALIMENTICIOS.

POR OTRA PARTE, LO DISPUESTO EN LA PRESENTE DISPOSICION SE ENTIENDE SIN PERJUICIO DE LO DISPUESTO EN LOS TRATADOS O CONVENIOS INTERNACIONALES SOBRE LA MATERIA Y QUE RESULTEN DE APLICACION EN ESPAÑA.

DISPOSICION DEROGATORIA

A LA ENTRADA EN VIGOR DE LA PRESENTE ORDEN QUEDAN DEROGADOS: EL ARTICULO 11 DE LA ORDEN DE 31 DE MAYO DE 1985 POR LA QUE SE APRUEBA LA NORMA DE CALIDAD DE LOS MOLUSCOS BIVALVOS DEPURADOS (<BOLETIN OFICIAL DEL ESTADO> DE 8 DE JUNIO).

LOS ARTICULOS 11 Y 12 DE LA ORDEN DE 15 DE OCTUBRE DE 1985 POR LA QUE SE APRUEBA LA NORMA DE CALIDAD PARA LOS MEJILLONES COCIDOS Y CONGELADOS (<BOLETIN OFICIAL DEL ESTADO> DEL 22).

LOS ARTICULOS 11 Y 12 DE LA ORDEN DE 15 DE OCTUBRE DE 1985 POR LA QUE SE APRUEBA LA NORMA DE CALIDAD PARA MEJILLON, ALMEJA Y BERBERECHO EN CONSERVA (<BOLETIN OFICIAL DEL ESTADO> DEL 22).

CUANTAS DISPOSICIONES DE IGUAL O INFERIOR RANGO SE OPONGAN A LO DISPUESTO EN LA PRESENTE ORDEN.

MADRID, 2 DE AGOSTO DE 1991.

GARCIA VALVERDE

ANEXO I

METODOS DE ANALISIS DE METALES PESADOS

1. PLOMO

1.1 PRINCIPIO. DETERMINACION DE PLOMO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA PREVIA MINERALIZACION DE LA MUESTRA.

1.2 MATERIAL Y APARATOS.

1.2.1 BALANZA ANALITICA.

1.2.2 ESPECTROFOTOMETRO DE ABSORCION ATOMICA CON CORRECTOR DE FONDO.

1.2.3 LAMPARA DE PLOMO DE CATODO HUECO O DESCARGA SIN ELECTRODOS.

1.2.4 HORNO ELECTRICO (MUFLA) CON DISPOSITIVO DE CONTROL DE TEMPERATURA.

1.2.5 BAÑO DE ARENA O PLACA CALEFACTORA.

1.2.6 CAPSULAS O CRISOLES DE PLATINO, CUARZO O PORCELANA.

1.3 REACTIVOS.

1.3.1 ACIDO NITRICO AL 70 POR 100 (D = 1,41) P.A.

1.3.2 ACIDO NITRICO AL 1 POR 100 EN AGUA DESTILADA (V/V).

1.3.3 ACIDO CLORHIDRICO AL 37 POR 100 (D=1,19) P.A.

1.3.4 DISOLUCION DE ACIDO NITRICO AL 3 POR 100 (V/V) Y ACIDO CLORHIDRICO AL 6 POR 100 (V/V).

1.3.5 DISOLUCION PATRON DE 1.000 MG DE PB/1. DISOLVER 1.598 MG DE (NO 3) 2 PB P.A. ENRASANDO A 1 LITRO CON ACIDO NITRICO AL 1 POR 100.

1.4 PROCEDIMIENTO.

1.4.1 PREPARACION DE LA MUESTRA. SE PESAN EN UNA CAPSULA 10 G DE MUESTRA HOMOGENEIZADA PROCEDENTE DE LA PARTE COMESTIBLE. SE LLEVA SOBRE LA PLACA CALEFACTORA, TENIENDO CUIDADO QUE LA COMBUSTION NO SEA DEMASIADO RAPIDA, DE MANERA QUE NO HAYA PERDIDAS DE MATERIA SOLIDA POR PROYECCION. SEGUIDAMENTE, INTRODUCIR LA CAPSULA EN LA MUFLA FRIA, SUBIR LA TEMPERATURA LENTAMENTE HASTA 400 C Y MANTENERLA HASTA MINERALIZACION TOTAL. DEJAR ENFRIAR. SI LAS CENIZAS NO QUEDARON BLANCAS, AÑADIR 2 ML DE ACIDO NITRICO AL 70 POR 100, EVAPORANDOLO LENTAMENTE EN LA PLACA CALEFACTORA. PASAR A CONTINUACION A LA MUFLA FRIA REPITIENDO EL PROCESO. DISOLVER LAS CENIZAS CON LA DISOLUCION 1.3.4, LLEVAR A UN MATRAZ DE 10 ML Y LAVAR LA CAPSULA SUCEIVAS VECES CON LA DISOLUCION 1.3.4, AÑADIENDOSE AL MATRAZ Y ENRASANDO CON DICHA DISOLUCION.

1.4.2 CONSTRUCCION DE LA RECTA DE CALIBRACION. DILUIR ALICUOTAS APROPIADAS DE LA DISOLUCION PATRON (1.3.5) CON LA DISOLUCION 1.3.4 PARA OBTENER UNA RECTA DE CALIBRACION DE 1, 5 Y 10 MG/L DE PLOMO.

1.4.3 DETERMINACION. OPERAR SEGUN LAS ESPECIFICACIONES DEL APARATO, USANDO LLAMA DE AIRE-ACETILENO. LAS LONGITUDES DE ONDA PARA LEER EL PLOMO SON 217 O 283,3 NM.

1.5 CALCULOS. CALCULAR EL CONTENIDO EN PLOMO, EXPRESADO EN MG/KG, MEDIANTE COMPARACION CON LA CORRESPONDIENTE RECTA DE CALIBRACION, Y TENIENDO EN CUENTA EL FACTOR DE DILUCION. EL LIMITE DE CUANTIFICACION DEL METODO ES DE 0,2 PPM.

1.6 REFERENCIAS. AOAC.

METODOS OFICIALES DE ANALISIS (PLOMO EN PESCADOS). 1984.

2. COBRE

2.1 PRINCIPIO. DETERMINACION DE COBRE POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA PREVIA MINERALIZACION DE LA MUESTRA.

2.2 MATERIAL Y APARATOS.

2.2.1 LAMPARA DE COBRE DE CATODO HUECO O DESCARGA SIN ELECTRODOS.

2.2.2 LOS UTILIZADOS PARA EL PLOMO (1.2.1, 1.2.2, 1.2.4, 1.2.5 Y 1.2.6).

2.3 REACTIVOS. 2.3.1 LOS UTILIZADOS PARA EL PLOMO (1.3.1, 1.3.2, 1.3.3 Y 1.3.4).

2.3.2 ACIDO NITRICO AL 50 POR 100 (V/V).

2.3.3 DISOLUCION PATRON DE 1.000 MG DE CU/L. DISOLVER 1.000 MG DE CU PURO P.A. EN EL MINIMO VOLUMEN NECESARIO DE NO 3 H AL 50 POR 100 Y DILUIR A 1 LITRO CON ACIDO NITRICO AL 1 POR 100 (V/V).

2.4 PROCEDIMIENTO.

2.4.1 PREPARACION DE LA MUESTRA (COMO EN EL PUNTO 1.4.1).

2.4.2 CONSTRUCCION DE LA RECTA DE CALIBRACION. DILUIR ALICUOTAS APROPIADAS DE LA DISOLUCION PATRON (2.3.3) CON LA DISOLUCION 1.3.4, PARA OBTENER UNA RECTA DE CALIBRACION QUE CONTENGA DE 1 A 5 MG/L DE COBRE.

2.4.3 DETERMINACION. OPERAR SEGUN LAS ESPECIFICACIONES DEL APARATO, USANDO LLAMA DE AIRE-ACETILENO. LA LONGITUD DE ONDA ES 324,8 NM.

2.5 CALCULOS. CALCULAR EL CONTENIDO EN COBRE, EXPESADO EN MG/KG, MEDIANTE COMPARACION CON LA CORRESPONDIENTE RECTA DE CALIBRACION, Y TENIENDO EN CUENTA EL FACTOR DE DILUCION. EL LIMITE DE CUANTIFICACION DEL METODO ES DE 0,1 PPM.

3. CADMIO

3.1 PRINCIPIO. DETERMINACION DE CADMIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA PREVIA MINERALIZACION DE LA MUESTRA.

3.2 MATERIAL Y APARATOS.

3.2.1 LAMPARA DE CADMIO DE CATODO HUECO O DESCARGA SIN ELECTRODOS.

3.2.2 LOS UTILIZADOS PARA EL PLOMO (1.2.1, 1.2.2, 1.2.4, 1.2.5 Y 1.2.6).

3.3 REACTIVOS.

3.3.1 LOS UTILIZADOS PARA EL PLOMO (1.3.1, 1.3.3 Y 1.3.4).

3.3.2 ACIDO CLORHIDRICO AL 50 POR 100 (V/V).

3.3.3 ACIDO CLORHIDRICO AL 1 POR 100 (V/V).

3.3.4 DISOLUCION PATRON DE 1.000 MG DE CD/L. DISOLVER 1.000 MG DE CADMIO PURO P.A. EN EL MINIMO VOLUMEN NECESARIO DE ACIDO CLORHIDRICO AL 50 POR 100 Y DILUIR A 1 LITRO CON ACIDO CLORHIDRICO AL 1 POR 100.

3.4 PROCEDIMIENTO.

3.4.1 PREPARACION DE LA MUESTRA (COMO EN EL PUNTO 1.4.1).

3.4.2 CONSTRUCCION DE LA RECTA DE CALIBRACION. DILUIR ALICUOTAS APROPIADAS DE LA DISOLUCION PATRON (3.3.4) CON LA DISOLUCION 1.3.4 PARA OBTENER UNA RECTA DE CALIBRACION DE 0,2 A 1 MG DE CD/L.

3.4.3 DETERMINACION. OPERAR SEGUN LAS ESPECIFICACIONES DEL APARATO, USANDO LLAMA DE AIRE-ACETILENO. LA LONGITUD DE ONDA 228,8 NM.

3.5 CALCULOS. CALCULAR EL CONTENIDO EN CADMIO, EXPRESADO EN MG/KG, MEDIANTE COMPARACION CON LA CORRESPONDIENTE RECTA DE CALIBRACION, Y TENIENDO EN CUENTA EL FACTOR DE DISOLUCION. EL LIMITE DE CUANTIFICACION DEL METODO ES DE 0,05 PPM.

4. MERCURIO

4.1 PRINCIPIO. DETERMINACION DE MERCURIO POR ABSORCION ATOMICA CON TECNICA DE VAPOR FRIO PREVIA DIGESTION DE LA MUESTRA.

4.2 MATERIAL Y APARATOS.

4.2.1 BALANZA ANALITICA.

4.2.2 ESPECTROFOTOMETRO DE ABSORCION ATOMICA.

4.2.3 LAMPARA DE MERCURIO DE CATODO HUECO O DESCARGA SIN ELECTRODOS.

4.2.4 CAMARA DE ABSORCION CON VENTANAS DE CUARZO ACOPLABLE AL ESPECTROFOTOMETRO.

4.2.5 EQUIPO DE REDUCCION DEL ION MERCURIO A MERCURIO METALICO Y DE ARRASTRE HASTA LA CAMARA DE ABSORCION, INCLUYENDO SISTEMA DE DESECACION.

4.2.6 REGISTRADOR GRAFICO DE VOLTAJE Y VELOCIDAD DE REGISTRO VARIABLE.

4.2.7 MATERIAL DE VIDRIO CORRIENTE DE LABORATORIO LAVADO CON ACIDO NITRICO (1:1) Y ENJUAGADO CON AGUA DESTILADA.

4.2.8 BLOQUE DE DIGESTION CON TEMPERATURA PROGRAMABLE.

4.2.9 TUBOS DE DIGESTION DE VIDRIO BOROSILICATADO PARA EL BLOQUE ANTERIOR.

4.3 REACTIVOS.

4.3.1 ACIDO SULFURICO 95-97 POR 100 (D=1,84) P.A.

4.3.2 ACIDO SULFURICO 1N.

4.3.3 ACIDO NITRICO 70 POR 100 (D=1,41) P.A.

4.3.4 PENTOXIDO DE VANADIO P.A.

4.3.5 CLORURO ESTANNOSO P.A. AL 10 POR 100 DISUELTO EN ACIDO CLORHIDRICO AL 10 POR 100 (PREPARARSE EN EL MOMENTO DE SU UTILIZACION).

4.3.6 DISOLUCION PATRON DE MERCURIO CONCENTRADA DE 1.000 MG/L. DISOLVER 0,1354 G DE CLORURO MERCURICO (CL 2 HG) P.A. EN 75 ML DE AGUA DESTILADA.

AÑADIR 10 ML DE ACIDO NITRICO Y AJUSTAR EL VOLUMEN A 100 ML CON AGUA DESTILADA.

4.3.7 DISOLUCION PATRON DE MERCURIO DE 0,1 MG/L. SE OBTIENE DE LA ANTERIOR POR SUCESIVAS DILUCIONES CON AGUA DESTILADA. DEBE PREPARARSE, AL IGUAL QUE LAS DISOLUCIONES INTERMEDIAS, DIARIAMENTE.

4.4 PROCEDIMIENTO.

4.4.1 PREPARACION DE LA MUESTRA: COLOCAR DE 2 A 5 G DE MUESTRA EN UN TUBO DIGESTOR. AÑADIR APROXIMADAMENTE 40 MG DE PENTOXIDO DE VANADIO Y 8 ML DE ACIDO NITRICO CONCENTRADO (EL ACIDO DEBE CUBRIR POR COMPLETO LA MUESTRA).

4.4.2 DIGESTION DE LA MUESTRA: COLOCAR LOS TUBOS DE DIGESTION EN EL BLOQUE CALEFACTOR PREVIAMENTE CALENTADO A 140 C (PUEDEN UTILIZARSE TUBOS DE CONDENSACION ACOPLADOS A LOS DE DIGESTION). MANTENER A ESTA TEMPERATURA DURANTE CINCO MINUTOS. RETIRAR LOS TUBOS DEL BLOQUE Y DEJAR QUE SE ENFRIE LIGERAMENTE. AÑADIR 15 ML DE ACIDO SULFURICO CONCENTRADO. COLOCAR OTRA VEZ LOS TUBOS EN EL BLOQUE CALEFACTOR Y TENERLOS QUINCE MINUTOS A 140 C. RETIRAR LOS TUBOS DEL BLOQUE, DEJARLOS ENFRIAR Y LAVAR LAS PAREDES DEL TUBO CON 10 ML DE ACIDO SULFURICO 1N. COLOCAR DE NUEVO LOS TUBOS EN EL BLOQUE CALEFACTOR OTROS CINCO MINUTOS A 140 C. RETIRARLOS, DEJAR ENFRIAR. TRANSFERIR LAS DISOLUCIONES A MATRACES DE 100 ML Y ENRASAR CON AGUA DESTILADA.

4.4.3 DETERMINACION: SE ANALIZA LA MUESTRA POR LA TECNICA DE VAPOR FRIO DE ABSORCION ATOMICA, SEGUN LAS INSTRUCCIONES PROPIAS DE CADA APARATO, UTILIZANDO CLORURO ESTANNOSO COMO AGENTE REDUCTOR, SIENDO LA LONGITUD DE ONDA DE MEDIDA 253,7 NM.

4.4.4 CONSTRUCCION DE LA RECTA DE CALIBRACION: SE OBTIENE REPRESENTANDO EN ABCISAS LOS CONTENIDOS EN MERCURIO DE LOS PATRONES PREPARADOS CON ALICUOTAS DE 0, 0,5, 1, 2 Y 5 ML DE SOLUCION PATRON DE 0,1 MG/L, DE FORMA QUE CONTENGAN DE 0 A 0,5 MG DE MERCURIO, Y EN ORDENADAS LA ALTURA DE LOS CORRESPONDIENTES MAXIMOS DE ABSORCION. DICHS PATRONES, AL IGUAL QUE EL BLANCO, SE HABRAN SOMETIDO AL MISMO PROCEDIMIENTO QUE LAS MUESTRAS.

4.5 CALCULOS. CALCULAR EL CONTENIDO EN MERCURIO, EXPRESADO EN MG/KG, MEDIANTE COMPARACION CON LA CORRESPONDIENTE RECTA DE CALIBRACION, Y TENIENDO EN CUENTA EL FACTOR DE DILUCION. EL LIMITE DE CUANTIFICACION DEL METODO ES DE 0,05 PPM.

4.6 OBSERVACIONES. LA LECTURA DEL CONTENIDO DE MERCURIO SE PODRA REALIZAR ALTERNATIVAMENTE UTILIZANDO EL ACCESORIO DE GENERACION DE HIDRUROS.

4.7 REFERENCIAS.

4.7.1 MUNNS Y HOLLAND. JAOAC, 60, 833-837, 1977.

4.7.2 MARTS Y BLAHA. JAOAC, 66 (6), 1983.

4.7.3 AOAC. METODOS OFICIALES DE ANALISIS. 1984.

5. ESTAÑO

5.1 PRINCIPIO. DETERMINACION DE ESTAÑO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA, PREVIA DIGESTION DE LA MUESTRA.

5.2 MATERIAL Y APARATOS.

5.2.1 LAMPARA DE ESTAÑO DE CATODO HUECO O LAMPARA DE DESCARGA SIN ELECTRODO.

5.2.2 LOS UTILIZADOS PARA EL PLOMO (1.2.1, 1.2.2 Y 1.2.5).

5.3 REACTIVOS.

5.3.1 ACIDO CLORHIDRICO AL 37 POR 100 (D=1,19) P.A.

5.3.2 DISOLUCION DE CLORHIDRICO 7N.

5.3.3 DISOLUCION PATRON DE SN: DISOLVER 1.000 MG DE ESTAÑO METALICO P.A. EN 100 ML DE CLORHIDRICO CONCENTRADO Y DILUIR EN 1 LITRO CON AGUA DESTILADA.

5.4 PROCEDIMIENTO.

5.4.1 PREPARACION DE LA MUESTRA: PESAR DE 5 A 10 G DE MUESTRA DIRECTAMENTE EN UN MATRAZ ERLEMAYER. AÑADIR 25 ML DE DISOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO 7N. LLEVAR A EBULLICION Y MANTENER A FUEGO LENTO DURANTE CINCO MINUTOS. TRANSFERIR LA SOLUCION RESULTANTE, UNA VEZ ENFRIADA A UN MATRAZ DE 50 ML, ENRASANDO CON AGUA DESTILADA, CUALQUIER SEPARACION DE ACEITE O GRASA SE EXCLUYE CUANDO SE COMPLETA EL VOLUMEN. AGITAR BIEN Y FILTRAR.

5.4.2 CONSTRUCCION DE LA RECTA DE CALIBRACION: DILUIR ALICUOTAS APROPIADAS DE LA DISOLUCION PATRON 5.3.3 CON EL ACIDO CLORHIDRICO NECESARIO PARA QUE SU CONCENTRACION SEA SIMILAR A LA CONCENTRACION FINAL DE LA MUESTRA PARA OBTENER UNA CURVA DE CONCENTRACIONES 20, 40 Y 60 MG/L.

5.4.3 DETERMINACION: OPERAR SEGUN LAS ESPECIFICACIONES DEL APARATO USANDO LLAMA DE ACETILENO-OXIDO NITROSO. HAGANSE CINCO MEDIDAS Y HACER LA MEDIA. LA LONGITUD DE ONDA ES DE 286,3 NM.

5.5 CALCULO. CALCULAR EL CONTENIDO EN SN EXPRESADO EN MG/KG MEDIANTE COMPARACION CON LA CORRESPONDIENTE RECTA DE CALIBRADO Y TENIENDO EN CUENTA EL FACTOR DE DILUCION. EL LIMITE DE CUANTIFICACION DEL METODO ES DE 50 PPM.