

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

NORMA CUBANA

NC

ISO 5554: 2007
(Publicada por la ISO en 1978)

**CARNE Y PRODUCTOS CÁRNICOS—DETERMINACIÓN DEL
CONTENIDO DE ALMIDÓN—MÉTODO DE REFERENCIA
(ISO 5554:1978, IDT)**

Meat products—Determination of starch content—(Reference method)

ICS: 67.120.10

1. Edición Junio 2007
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC-ISO 5554: 2007

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada pro el Comité Técnico de Normalización NC/CTN 70 de Carne y productos cárnicos, en el cual están representadas las siguientes entidades:
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad (CNICA-MINAL).
 - Empresa Cárnica Habana.
 - Empresa Cárnica Tauro.
 - Industrias Cárnicas Bravo S.A.
 - Instituto de Investigaciones para la Industria Alimenticia (IIIA-MINAL).
 - Instituto de Medicina Veterinaria (IMV-MINAG).
 - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos (INHA-MINSAP).
 - Laboratorio CUBACONTROL S.A.
 - Laboratorio del MINCIN.
 - Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias.
 - Oficina Nacional de Normalización.
 - Unión Cárnica.
- Es una adopción idéntica por el método de traducción de la norma internacional ISO 5554: 1978 *Meat products- Determination of starch content (Reference method)*. Al estar derogada la referencia normativa a la ISO 3100 en la norma adoptada, se sustituye en el texto de la presente norma por la NC 274: 2003 *Carne y productos cárnicos. Preparación de la muestra de ensayo*.
- Sustituye a la NC 79-06:1981. *Carne y productos cárnicos. Método de ensayo en lo que se refiere al Capítulo 28: Determinación de almidón*.

© NC, 2007

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

Índice

| | |
|-----------------------------|----|
| 1. Objeto | 4 |
| 2. Campo de aplicación | 4 |
| 3. Referencias | 4 |
| 4. Definiciones | 4 |
| 5. Principio | 4 |
| 6. Reactivos | 4 |
| 7. Aparatos | 6 |
| 8. Muestreo | 6 |
| 9. Procedimiento | 7 |
| 10. Expresión de resultados | 8 |
| 11. Reporte de ensayo | 9 |
| Tabla | 10 |
| Gráfico | 11 |

CARNE Y PRODUCTOS CÁRNICOS—DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ALMIDÓN— MÉTODO DE REFERENCIA

1. Objeto

Esta norma especifica un método de referencia para la determinación de almidón en los productos cárnicos.

2. Campo de aplicación

Esta **norma** se aplica solamente a los productos que no contengan sustancias adicionadas, que como el almidón, den por hidrólisis, azúcares reductores.

3. Referencia

NC 274:2003 Carne y productos cárnicos. Preparación de la muestra de ensayo

4. Definición

Contenido de almidón en productos cárnicos: El contenido de almidón determinado según el procedimiento descrito en esta Norma Cubana y expresado como porcentaje por masa.

5. Principio

La porción de ensayo se calienta con la solución etanólica de hidróxido de potasio, hasta que los componentes de la carne se disuelvan totalmente. Se decanta, y el residuo remanente se lava con etanol caliente, se filtra, se diluye en ácido clorhídrico, y se hidroliza. Se determina por valoración volumétrica la glucosa formada.

6. Reactivos

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica reconocida. El agua usada deberá ser destilada o agua que, al menos, sea de pureza equivalente

6.1 Solución etanólica de hidróxido de potasio

Disuelva 50 g de hidróxido de potasio en 800 mL de etanol al 95% (v/v) y diluya 1000 mL con el mismo etanol.

6.2 Etanol 80% (v/v)

6.3 Acido clorhídrico 1.0 M (libre de cloro)

6.4 Azul de Bromotimol. Solución de 10 g/litro en etanol de 95% (v/v)

6.5 Hidróxido de sodio. Solución 300 g/litro

6.6 Soluciones para la precipitación de proteína:

Solución I

Disuelva 106 g de hexacianoferrato (II) de potasio (ferrocianuro de potasio) trihidratado $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ en agua, en un matraz volumétrico de 1000 mL y diluya hasta el enrase.

Solución II

Disuelva 220 g de acetato de zinc dihidratado $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$ en agua, en un matraz volumétrico de 1000 mL. Adicione 30 mL de ácido acético glacial y diluya con agua hasta el enrase.

6.7 Reactivo cúprico

Prepare las siguientes soluciones:

- 25 g de sulfato de cobre II pentahidratado ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) en 100 mL de agua.
- 144 g de carbonato de sodio (Na_2CO_3) en 300 mL a 400 mL de agua a $50^\circ C$
- 50 g de ácido cítrico monohidratado ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) en 50 mL de agua

Adicione la solución c) lenta y cuidadosamente, agitando continuamente a la solución b). Continúe agitando hasta que cese el desprendimiento de dióxido de carbono.

Adicione la solución a) a esta mezcla agitando continuamente.

Deje enfriar a temperatura ambiente, transfiera cuantitativamente a un frasco volumétrico de 1000 mL, diluya en agua hasta el enrase y filtre después de 24 h.

El pH de la solución, después de una dilución de 1 + 49 con agua recién hervida y enfriada debe ser de $10, \pm 0.1$.

6.8 Solución indicadora de almidón

Adicione a una mezcla de 10 g de almidón soluble, 10 g de yoduro de mercurio II como preservante y 30 mL de agua, a 1000 mL de agua hirviendo. Continúe hirviendo durante 3 min y enfríe.

6.9 Tiosulfato de sodio. Solución aproximadamente 0.1N volumétricamente estandarizada.

6.9.1 Preparación

Disuelva 25 g de tiosulfato de sodio pentahidratado ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) en 1000 mL de agua fría recientemente hervida y adicione 0.2 g de carbonato de sodio decahidratado ($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$). Deje reposar la solución por un día; después estandarice.

6.9.2 Estandarización

Pese 150,0 mg de yodato de potasio seco y disuélvalo en 25 mL de agua. Agregue 2 g de yoduro de potasio y 10 mL de la solución de ácido clorhídrico (6.3).

Valore la solución con la solución de tiosulfato de sodio y mientras, agite constantemente. Cuando la solución haya alcanzado un amarillo pálido, adicione 1 mL de la solución indicadora de almidón (6.8) y continúe la valoración hasta que el color azul desaparezca.

La normalidad T de la solución de tiosulfato de sodio es calculada a partir de la fórmula:

$$T = \frac{6 m}{214,0 \cdot V}$$

Donde:

m = Es la masa en miligramos del yodato de potasio

V = Volumen en mL de la solución de tiosulfato de sodio, adicionado a la solución de yodato de potasio;

$\frac{214.0}{6}$ es la masa molecular relativa del yodato de potasio

6.10 Yoduro de potasio. Solución 100 g / l.

Disuelva 10 g de yoduro de potasio en agua y diluya a 100 mL. Almacene esta solución en un frasco ámbar oscuro.

6.11 Ácido clorhídrico. Solución al 25% (m/m) (libre de cloro)

Diluya 100 mL de ácido clorhídrico concentrado libre de cloro ($\rho_{20} = 1,19$ g/mL) con 60 mL de agua.

7.0 Aparatos

7.1 Picadora mecánica de carne de laboratorio, provista de un disco con agujeros de un diámetro que no exceda de 4 mm.

7.2 Baño de agua caliente

7.3 Papel de filtro acanalado de 15 cm de diámetro libre de almidón.

7.4 Placa de asbesto con un orificio circular que se coloca debajo del fondo del frasco cónico.

7.5 Frasco cónico de 250 a 300 mL de capacidad con cuello esmerilado y tapón de vidrio.

7.6 Condensador enfriado por aire cuya unión ajuste al frasco cónico (7.5)

7.7 Reguladores de la ebullición (por ejemplo, piedra pómez o perlas de vidrio).

7.8 Bureta de 50 mL de capacidad conforme con la clase A de ISO/R 385

7.9 Medidor de pH

8. Muestreo

8.1 Proceda de una muestra representativa de al menos 250 g. (Ver NC 274)

8.2 Almacene la muestra, si es necesario, de forma tal que se prevengan su deterioro o cambios en su composición.

9. Procedimiento

9.1 Preparación de la muestra de ensayo

Homogenice la muestra y pásela al menos 2 veces por la picadora de carne (7.1) y mezcle. Consérvela en un recipiente completamente lleno, herméticamente cerrado y almacénela si es necesario, de manera tal que se prevenga del deterioro y el cambio de composición de la muestra. Analice la muestra tan pronto como sea posible, pero siempre dentro de las 24 h a partir de su homogenización.

9.2 Porción de ensayo.

Pese en un vaso de precipitado de 500 ó 600 mL con aproximación de 0,1 g, alrededor de 25 g de la muestra de ensayo (9.1). Si la masa de almidón en la porción de ensayo esperada es mayor de 1 g, reduzca en forma adecuada la masa de la porción ensayo.

9.3 Separación del almidón.

Adicione a la porción de ensayo mientras agita con una varilla de vidrio, 300 mL de la solución etanólica caliente de hidróxido de potasio (6.1) y cubra el vaso de precipitado con un vidrio reloj. Caliente en un baño de agua hirviendo (7.2) durante una hora agitando ocasionalmente. Decante la solución a través de un papel de filtro (7.3) y después lave cuantitativamente el almidón sobre el papel de filtro, usando etanol caliente (6.2) con ayuda de una varilla de vidrio provista de un anillo de goma en su extremo. El filtro se debe mantener húmedo.

NOTA: En ocasiones posiblemente sea mejor centrifugar que filtrar

9.4 Hidrólisis

Inmediatamente despegue el precipitado del papel de filtro con la ayuda de la varilla de vidrio. Haga un agujero al papel de filtro y arrastre el almidón a un vaso de precipitado de 250 mL con 100 mL de solución de ácido clorhídrico (6.3). Cubra el vaso de precipitado con un vidrio reloj e introdúzcalo en un baño de agua hirviendo durante 2,5 horas agitando la solución en ocasiones con una varilla de vidrio.

Enfríe la solución y neutralice por adición de la solución de hidróxido de sodio (6.5) gota a gota, teniendo cuidado que el pH no exceda 6,5 chequeándolo con el medidor de pH (7.9).

Transfiera la mezcla cuantitativamente a un volumétrico de 200 mL, lavando con agua, adicione 3 mL de solución I (6.6) y después, mezclando, 3 mL de solución II (6.6) y diluya hasta la marca.

Mezcle y filtre a través del papel de filtro acanalado (7.3). Inmediatamente antes de pipetear una porción alícuota para la próxima etapa (9.5), alcalinice al bromotimol azul (6.4) por adición de 1 ó 2 gotas de la solución de hidróxido de sodio (6.5)

9.5 Determinación de la glucosa

Si el contenido aproximado de almidón de la muestra es desconocido, realice un ensayo preliminar para estimarlo.

Diluya una porción alícuota (V_2), del filtrado 9.4 con un volumen conocido de agua (V_3), de manera que 25 mL de la solución diluida, contengan preferentemente 40 a 50 mg de glucosa y en ninguna circunstancia, más de 60 mg de glucosa.

Mezcle y pipetee 25,0 mL de la solución diluida y transfírala al frasco cónico (7.5) Pipetee 25.0 mL del reactivo de cobre (6.7) dentro del frasco cónico y adicione algún regulador de la ebullición (7.7)

NOTA: Es esencial en esta etapa que el volumen total del líquido sea siempre de 50.0 mL.

Conecte el condensador (7.6) al frasco. Coloque el condensador y el frasco sobre una placa de asbesto (7.4) que, a su vez, esté sobre una malla de tela metálica.

Lleve el líquido a ebullición sobre una llama de gas en alrededor de dos minutos y continúe hirviendo suavemente por exactamente 10 minutos. Entonces enfríe rápidamente a temperatura ambiente, retire el condensador y adicione 30 mL de solución de yoduro de potasio (6.10) y seguido, cuidadosamente, pero tan pronto como sea posible añada 25.0 mL a la solución de ácido clorhídrico (6.11). Tape el frasco hasta su valoración.

Valore el yodo liberado con la solución volumétrica estándar de tiosulfato de sodio (6.9). Cuando la solución haya alcanzado un color amarillo pálido, adicione 1 mL de la solución indicadora de almidón (6.8) y continúe la valoración hasta que desaparezca el color azul.

9.6 Determinación en blanco

Realice una determinación en blanco siguiendo el mismo procedimiento como en (9.5), tomando 25.0 mL de agua en vez de 25.0 mL del filtrado diluido.

10. Expresión de los resultados

10.1 Cálculos y fórmulas

Calcule la diferencia entre los volúmenes gastados en las dos valoraciones (9.5 y 9.6), expresados en los mililitros exactos de la solución 0.1N de tiosulfato de sodio, empleando la fórmula:

$$10T \times (V_o - V_1)$$

Donde:

T = Es la normalidad de la solución volumétrica estándar de tiosulfato de sodio (ver 6.9.2).

V_o = Es el volumen en mililitros de la solución volumétrica estándar de tiosulfato de sodio (6.9) gastados en la determinación del blanco (9.6)

V₁ = Es el volumen en mililitros de la solución volumétrica estándar de tiosulfato de sodio gastados con el filtrado diluido (9.5).

Calcule el contenido de almidón como porcentaje en masa por la fórmula:

$$\frac{m_1}{1000} \times 0,9 \times \frac{V_3}{25} \times \frac{200}{V_2} \times \frac{100}{m_o} = 0,72 \times \frac{V_3}{V_2} \times \frac{m_1}{m_o}$$

Donde:

V₂ es el volumen en mililitros de la porción alícuota no diluida (ver 9.5)

V₃ es el volumen en mililitros de la porción alícuota diluida (ver 9,5)

m_0 es la masa en gramos de la porción de ensayo (9.2)

m_1 es la masa en miligramos determinados como de glucosa en la expresión $10T \times (V_0 - V_1)$ por referencia de la tabla (página 9) o en el gráfico (página 10).

0.9 es el factor para la conversión de la masa de glucosa en la correspondiente masa de almidón.

Reporte los resultados con la aproximación del 0.1%

10.2 Precisión

10.2.1 Repetibilidad

La diferencia entre el resultado de dos determinaciones realizadas simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista no deberá ser mayor que 0,2 gr de almidón por 100 g de muestra.

10.2.2 Reproducibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones realizadas en dos laboratorios, sobre la misma muestra, no excederá de 0,3 g de almidón por 100 g de muestra.

11. Reporte de ensayo

En el reporte de ensayo muestre el método usado y el resultado obtenido. Se deberá mencionar además, algunas condiciones de operaciones, no especificadas en esta Norma Cubana o estimarlo como opcional, así como cualquier circunstancia que pudiera haber influenciado en el resultado.

El reporte deberá incluir todos los detalles requeridos para la completa identificación de la muestra.

Tabla: Conversión de mililitros de la solución de tiosulfato de sodio 0.1N en miligramos de glucosa.

| mls.de solución 0.1N de tiosulfato de sodio | m1 | Δ m1 |
|--|------|-------------|
| | mg | mg |
| 1 | 4,0 | |
| 2 | 4,8 | 2,4 |
| 3 | 7,2 | 2,4 |
| 4 | 9,7 | 2,5 |
| 5 | 12,2 | 2,5 |
| 6 | 14,7 | 2,5 |
| 7 | 17,2 | 2,5 |
| 8 | 19,8 | 2,6 |
| 9 | 22,4 | 2,6 |
| 10 | 25,0 | 2,6 |
| 11 | 27,6 | 2,6 |
| 12 | 30,3 | 2,7 |
| 13 | 33,0 | 2,7 |
| 14 | 35,7 | 2,7 |
| 15 | 38,5 | 2,8 |
| 16 | 41,3 | 2,8 |
| 17 | 42,2 | 2,9 |
| 18 | 47,1 | 2,9 |
| 19 | 50,0 | 2,9 |
| 20 | 53,0 | 3,0 |
| 21 | 56,0 | 3,0 |
| 22 | 59,1 | 3,1 |
| 23 | 62,2 | 3,1 |

