
NORMA CUBANA

NC

ISO 17240: 2010
(Publicada por la ISO en 2004)

**PRODUCTOS DE FRUTAS Y VEGETALES — DETERMINACIÓN
DEL CONTENIDO DE ESTAÑO — MÉTODO POR
ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA USANDO
LA LLAMA
(ISO 17240: 2004, IDT)**

**Fruit and vegetable products — Determination of tin content — Method using
flame atomic absorption spectrometry**

ICS: 67.080.01

1. Edición Septiembre 2010
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 17240: 2010

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC) es el Órgano 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 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 por el Comité Técnico de Normalización NC/CTN 30 de Frutas y Hortalizas Elaboradas, integrado por las siguientes instituciones:
 - Unión de Conservas de Vegetales (UCV – MINAL)
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad (CNICA – MINAL)
 - Instituto de Investigaciones de la Industria Alimenticia (IIIA – MINAL)
 - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos (INHA – MINSAP)
 - Instituto Superior Politécnico José A. Echeverría (CUJAE – MES)
 - Ministerio del Comercio Interior (MINCIN)
 - Cadena de Tiendas TRD Caribe
 - Laboratorio CUBACONTROL S.A (MINCEX)
 - Comercializadora ITH (MINTUR)
 - ALIMPORT (MINCEX)
 - Grupo Empresarial Comercial Caracol S.A.
 - Sociedad Continental S.A (CUBALSE)
 - Corporación CIMEX
 - Empresas de Industrias Alimentarias (Poder Popular)
 - Aduana General de la República de Cuba (AGR)
 - Instituto de Investigaciones en Normalización (ININ)
 - Oficina Nacional de Normalización (ONN)
- Es una adopción idéntica por el método de traducción de la Norma Internacional ISO 17240:2004 *Fruit and vegetable products – Determination of tin content – Method using flame atomic absorption spectrometry* y sustituye lo establecido en el Capítulo 12 de la Norma Cubana NC 23-32:1981 *Productos alimenticios. Contaminantes metálicos. Análisis químico* solamente en lo referente a productos de frutas y vegetales. En su adopción nacional se le han añadido notas aclaratorias con letra de menor tamaño en los apartados 4.1, 6.5.1 y 7.

© NC, 2010

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

PRODUCTOS DE FRUTAS Y VEGETALES — DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ESTAÑO — MÉTODO POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA USANDO LA LLAMA

1 Objeto

Esta Norma Cubana establece un método espectrométrico por absorción atómica para la determinación del contenido de estaño de productos de frutas y vegetales en el rango de concentración de 10 mg/kg a 500 mg/kg. Es un método rápido, especialmente adecuado para determinaciones de rutina de estaño en frutas y vegetales enlatados contaminados con estaño el cual ha migrado desde la lata. El método puede ser aplicado con la cantidad prescrita de muestra a productos con un contenido máximo total de materia seca de 30 %. Los productos con contenidos más altos de sólidos totales pueden ser analizados usando cantidades más pequeñas de muestra después de la correspondiente dilución con agua desionizada.

NOTA: El método de la determinación de estaño en productos de frutas y vegetales se basa en el método NMKL No. 126/1988 (referencia [1] en la Bibliografía).

2 Principio

Los productos de frutas y vegetales se digieren en ácido clorhídrico a 80 °C y el contenido de estaño se determina por espectrometría de absorción atómica por llama.

3 Reactivos

Usar solamente reactivos de grado analítico reconocido, a menos que otra cosa se establezca, y agua desionizada o agua de pureza equivalente.

3.1 Ácido clorhídrico: concentrado ($\rho_{20} = 1,19$ g/mL).

3.2 Ácido clorhídrico: diluido ($c = 6$ mol/L).

Diluir 50 mL de ácido clorhídrico (3.1) con agua hasta 100 mL.

3.3 Estaño: solución estándar correspondiente a 1,0 mg de estaño por mililitro.

4 Aparatos

Los aparatos usuales de laboratorio y, en particular, los siguientes.

4.1 Molino mecánico: el eje interno y las cuchillas del cual se cubren con politetrafluoroetileno (PTFE).

NOTA – Las cuchillas también podrán ser de acero inoxidable.

4.2 Plancha con termostato: u otro equipo para el calentamiento rápido y control de la temperatura. La exactitud requerida para la temperatura es ± 3 °C.

4.3 Espectrómetro de absorción atómica: provisto con un quemador de óxido nitroso/acetileno (5 cm), adecuado para mediciones a una longitud de onda de 235,5 nm.

4.4 Lámpara de estaño: lámpara de cátodo hueco o lámpara de descarga sin electrodo (LDSE).

NOTA: El límite de detección del método es significativamente más bajo cuando se usan lámparas LDSE).

4.5 Papel filtro: Schleicher y Schull 589/1 (banda Negra)¹ o equivalente.**4.6 Balanza analítica****5 Muestra**

Una muestra representativa deberá haber sido enviada al laboratorio. Esta no deberá haber sido dañada o cambiada durante el transporte o almacenaje.

6 Procedimiento**6.1 Preparación de la muestra de ensayo**

Mezclar bien la muestra de laboratorio. Si es necesario, remover primero piedras, tallos y cortezas de partes duras de las semillas y entonces molerla en el molino mecánico (4.1).

Los productos congelados o ultra congelados deberán ser previamente descongelados en un envase cerrado, y el líquido formado durante este proceso deberá ser añadido al producto antes de mezclar.

6.2 Porción de ensayo

Pesar, con exactitud aproximada de 0,001 g, 5 g de la muestra de ensayo (6.1) en un tubo de vidrio adecuado para la plancha con termostato (4.2) o directamente en un frasco volumétrico de 50 mL.

6.3 Descomposición

Adicionar 10 mL de ácido clorhídrico diluido (3.2). Incubar la muestra por 60 min en una plancha con termostato o en un baño de agua precalentada a $80\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$. Agitar la mezcla tres o cuatro veces durante el período de calentamiento.

Transferir la muestra cuantitativamente a un frasco volumétrico de 50 mL y, después del enfriamiento, diluir al volumen con agua. Filtrar la muestra a través del papel de filtro (4.5). El filtrado está ahora listo para la medición por espectrometría de absorción atómica. Realizar la determinación preferentemente dentro de las 5 h a 6 h, o alternativamente almacenar el extracto en un frasco plástico sellado.

¹ Schleicher y Schull 589/ (Banda Negra) es un ejemplo de un producto comercialmente adecuado. Esta información se da solamente para la conveniencia de los usuarios de esta Norma Cubana y no constituye una aprobación de la ISO de este producto.

6.4 Ensayo en blanco

Efectuar un ensayo en blanco transfiriendo 10 mL de ácido clorhídrico diluido (3.2) a un tubo de vidrio o un frasco volumétrico y usar el mismo procedimiento de descomposición (6.3) como para la porción de ensayo (6.2).

6.5 Determinación

6.5.1 Preparación del gráfico de calibración

Diluir la solución estándar de estaño (3.3) adicionando 10 mL de ácido clorhídrico concentrado (3.1) por 100 mL, para obtener un número apropiado de soluciones estándar en el rango de 3,0 mg/L a 200 mg/L, cuando se use la lámpara de cátodo cóncavo, y en el rango 1,0 mg/L a 200 mg/L, cuando se use una lámpara LDSE.

Encender la llama de óxido nitroso/acetileno del espectrómetro de absorción atómica (4.3) de acuerdo a las instrucciones del instrumento y ajustar el flujo de gas para dar una banda roja de 2 cm sobre la cabeza del quemador.

Aspirar cada una de estas soluciones, en orden, en la llama del espectrofotómetro (4.3). Usar una mezcla de ácido clorhídrico diluido con agua (1 + 9) como un blanco.

Registrar los valores correspondientes de absorbancia y plotear el gráfico de calibración (absorbancia contra concentración de estaño en miligramos por litro).

NOTA – El gráfico de calibración puede ser realizado en equipos de tecnología moderna con software para el procesamiento de la información por computación.

6.5.2 Medición espectrométrica

Regular el instrumento para las condiciones óptimas previamente establecidas, usando la llama de óxido nitroso/acetileno y una longitud de onda resonante de 235,5 nm.

Aspirar la solución de ensayo (6.3) y la solución en blanco (6.4) en la llama del espectrómetro (4.3). Registrar las absorbancias correspondientes.

7 Cálculo

El contenido de estaño de la muestra, expresado en miligramos por kilogramo del producto, está dado por la ecuación:

$$\text{Donde: } w = \frac{(\rho - \rho_b) \times 50}{m}$$

ρ es la concentración de estaño de la solución de ensayo, expresada en miligramos por litro, leída desde el gráfico de calibración;

ρ_b es la concentración de estaño de la solución de ensayo en blanco, expresada en miligramos por litro, leída desde el gráfico de calibración;

m es la masa, en gramos, de la porción de ensayo.

NOTA – El cálculo de la concentración de estaño puede ser sustituido en equipos de tecnología moderna con software para el procesamiento de la información por computación.

8 Precisión

8.1 General

La precisión del método ha sido chequeada por estudios colaborativos (13 laboratorios) de determinaciones de estaño en dos muestras de sopa de tomate y dos muestras de salsa de manzana (Referencia [1] en la Bibliografía).

Los parámetros estadísticos se expresan de acuerdo a la ISO 5725-2 (Referencia [2] en la Bibliografía).

8.2 Repetibilidad

8.2.1 Sopa de tomate

Muestra 1: el coeficiente de repetibilidad de variación es 4,3 %.

Muestra 2: el coeficiente de repetibilidad de variación es 2,4 %.

8.2.2 Compota de manzana

Muestra 1: el coeficiente de repetibilidad de variación es 1,078 %.

Muestra 2: el coeficiente de repetibilidad es 0,406 %.

NOTA: El coeficiente es dependiente del contenido de estaño en la muestra, y disminuye con el aumento del contenido de estaño.

8.3 Reproducibilidad

8.3.1 Sopa de tomate

Muestra 1: el coeficiente de reproducibilidad de variación es 12,0 %.

Muestra 2: el coeficiente de reproducibilidad de variación es 7,1 %.

8.3.2 Compota de manzana

Muestra 1: el coeficiente de reproducibilidad de variación es 9,4 %.

Muestra 2: el coeficiente de reproducibilidad es 4,0 %.

NOTA El coeficiente es dependiente del contenido de estaño en la muestra, y disminuye con el aumento del contenido de estaño.

9 Informe de ensayo

El informe de ensayo deberá especificar:

- a) toda la información necesaria para la identificación completa de la muestra;
- b) el método de muestreo usado;
- c) el método de ensayo usado, con referencia a esta Norma Cubana;
- d) todos los detalles de operación no especificados en esta Norma Cubana, o considerados como opcionales, junto con detalles de cualquier incidente el cual pudiera haber influenciado el o los resultados del ensayo;
- e) el o los resultados de ensayo obtenidos, o, si la repetibilidad ha sido chequeada, el resultado citado final obtenido.

Bibliografía

- [1] NC-ISO 5725-2:1994, *Exactitud (confiabilidad y precisión) de los resultados de las mediciones y los resultados – Parte 2: Método básico para la determinación de la repetibilidad y reproducibilidad de un método de medición estándar.*
- [2] Comité Nórdico de Análisis de Alimentos. No 126/1988. *Estaño. Determinación por absorción atómica en frutas y vegetales.*