

---

**NORMA CUBANA**

**NC**

ISO 6636-2: 2010  
(Publicada por la ISO en 1981)

---

**FRUTAS, VEGETALES Y PRODUCTOS DERIVADOS —  
DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ZINC — PARTE 2:  
MÉTODO ESPECTROMÉTRICO DE ABSORCIÓN ATÓMICA  
(ISO 6636-2:1981, IDT)**

Fruits, vegetables and derived products — Determination of zinc content —  
Part 2: Atomic absorption spectrometric method

---

ICS: 67.080.01

2. 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

## **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 de Comercio Interior (MINCIN)
  - Cadena de Tiendas TRD Caribe
  - Laboratorio CUBACONTROL S.A (MINCEX)
  - Comercializadora ITH (MINTUR)
  - ALIMPORT (MINCEX )
  - Grupo Empresarial Comercial Caracol S.A.
  - Corporación CIMEX
  - Empresas 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 6636/2 *Fruits, vegetables and derived products – Determination of zinc content – Part 2: Atomic absorption spectrometric method*. Sustituye lo establecido para la determinación del contenido del zinc por este método en la Norma Cubana NC 76-01:1981 *Productos alimenticios. Contaminantes metálicos. Análisis químico solamente para productos de frutas y vegetales*. En su adopción nacional se le han añadido notas aclaratorias con letra de menor tamaño en los apartados 5.1 y 6.4.

Sustituye a la NC-ISO 6636-2:2008 Frutas, Vegetales y Productos Derivados. Determinación del Contenido de Zinc. Parte 2: Método Espectrométrico de Absorción Atómica.

**© 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**

## FRUTAS, VEGETALES Y PRODUCTOS DERIVADOS — DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ZINC — PARTE 2: MÉTODO ESPECTROMÉTRICO DE ABSORCIÓN ATÓMICA

### 1 Objeto y campo de aplicación

Esta parte de la NC-ISO 6636 establece un método espectrométrico de absorción atómica para la determinación del contenido de zinc de frutas, vegetales y productos derivados.

### 2 Referencias normativas

Las normas que a continuación se relacionan contienen disposiciones válidas para esta Norma Cubana. En el momento de la publicación estaban en vigor las ediciones indicadas. Toda norma está sujeta a revisión por lo que las partes que basen sus acuerdos en esta norma deben estudiar la posibilidad de aplicar las ediciones más recientes de las normas indicadas a continuación.

NC-ISO 5515 Frutas, vegetales y productos derivados – Descomposición de la materia orgánica antes de su análisis – Método húmedo.

NC-ISO 5516 Frutas, vegetales y productos derivados – Descomposición de la materia orgánica antes de su análisis – Método de la incineración.

### 3 Principio

La descomposición de la materia orgánica por el método seco o húmedo y la determinación del catión  $Zn^{+2}$  por espectrometría de absorción atómica.

NOTA – En el caso de la descomposición por el método seco, la disolución de la ceniza en ácido clorhídrico permite la transformación de todas las sales minerales en cloruros fácilmente disociables.

Para algunas muestras líquidas (tales como vinos, jugos de fruta claros libres de pulpa), la determinación pudiera ser efectuada directamente sin la descomposición.

### 4 Reactivos

Todos los reactivos deberán ser de pureza analítica reconocida, y deberán estar especialmente libres de zinc. El agua usada deberá ser bidestilada en un aparato de vidrio borosilicato, o deberá ser agua de al menos pureza equivalente.

**4.1 Ácido nítrico:**  $\rho_{20} = 1,38$  g/mL.

**4.2 Ácido sulfúrico:**  $\rho_{20} = 1,84$  g/mL.

**4.3 Ácido clorhídrico:** solución 1 + 1 (por volumen).

Mezclar un volumen de ácido clorhídrico concentrado ( $\rho_{20} = 1,19$  g/mL) con un volumen de agua.

**4.4 Ácido clorhídrico:** solución de aproximadamente 3,7 g/L.

En un frasco volumétrico de un aforo de 1 000 mL, diluir 8,3 mL de ácido clorhídrico ( $\rho_{20} = 1,19$  g/mL) hasta el aforo con agua y mezclar.

**4.5 Zinc:** solución estándar correspondiente a 1 g de zinc por litro.

En un frasco cónico, disolver 1 g de zinc puro en 10 mL de solución de ácido clorhídrico (4.3). Transferir cuantitativamente a un frasco volumétrico de un aforo de 1 000 mL, diluir hasta el aforo con agua, y mezclar.

Almacenar la solución en un frasco de vidrio borosilicato tapado con una tapa de vidrio redonda.

## 5 Aparatos

El equipamiento usual de laboratorio establecido por otra parte, y el siguiente

**5.1 Molino mecánico:** el interior y las cuchillas del cual están cubiertas con polietileno.

NOTA – Las cuchillas también podrán ser de acero inoxidable.

**5.2 Cápsulas de platino o cuarzo:** de diámetro 70 mm, o frascos Kjeldahl, de 250 mL de capacidad.

**5.3 Frascos volumétricos de un aforo:** de 50 mL de capacidad.

**5.4 Pipetas volumétricas:** de capacidades apropiadas.

### 5.5 Centrífuga

### 5.6 Baño de agua hirviendo

### 5.7 Equipo de calentamiento

**5.8 Horno mufla calentado eléctricamente:** capaz de ser controlado  $525 \pm 25$  °C dentro de una tolerancia que no exceda  $\pm 25$  °C.

**5.9 Estufa calentada eléctricamente:** capaz de ser controlada a menos de 100 °C y a  $525 \pm 25$  °C, preferiblemente programable entre 20 y 550 °C.

**5.10 Espectrómetro de absorción atómica:** acoplado con un quemador alimentado con una mezcla de aire-acetileno a una velocidad de flujo predeterminada (en general 4 mL/min) correspondiente a la velocidad de aspiración óptima especificada, adecuado para mediciones a una longitud de onda de 213,8 nm.

### 5.11 Balanza analítica

## 6 Procedimiento

### 6.1 Preparación de la muestra de ensayo

Mezclar la muestra de laboratorio bien, si es necesario, primero quitar las semillas y las paredes de las semillas y cavidades duras, y pasarla a través del molino mecánico (5.1).

Dejar los productos congelados o ultra congelados descongelar en un recipiente cerrado, y adicionar el líquido formado durante este proceso al producto antes de la homogenización.

## 6.2 Porción de ensayo

### 6.2.1 Productos líquidos

Tomar 10 mL de la muestra de ensayo (6.1) por medio de una pipeta (5.4). En el caso de los líquidos viscosos y líquidos que contengan partículas en suspensión, pesar la porción de ensayo (ver 6.2.2).

### 6.2.2 Productos secos, sólidos o pastosos

Pesar, con exactitud de 0,01 g, de 5 a 10 g de la muestra de ensayo (6.1), expresado como producto fresco, de acuerdo a la naturaleza del producto.

## 6.3 Descomposición

La descomposición puede ser efectuada por el método seco o húmedo.

### 6.3.1 Descomposición por el método seco

Introducir la porción de ensayo (6.2) en una de las cápsulas (5.2) y colocarlas sobre el baño de agua hirviendo (5.6), regulando la temperatura del baño a manera de minimizar el riesgo de pérdida de material por salpicaduras. Evaporar hasta secar. Continuar la descomposición en el horno mufla (5.8), controlado a  $525 \pm 25$  °C.

NOTA – Si es posible, es preferible evitar la evaporación sobre el baño de agua hirviendo y colocar la cápsula directamente en la estufa eléctrica (5.9) la cual está a temperatura programable desde 20 hasta  $525 \pm 25$  °C, en etapas progresivas, para evitar salpicaduras de la porción de ensayo durante el secado.

Disolver las cenizas en unas pocas gotas de ácido nítrico (4.1), evaporar sobre el baño de agua hirviendo (5.6), entonces transferir a la estufa (5.9) controlada a  $525 \pm 25$  °C (o controlada de inicio a una temperatura menos de 100 °C y después a  $525 \pm 25$  °C). Transferir al horno mufla (5.8), controlado a  $525 \pm 25$  °C, y dejar hasta que se obtengan las cenizas blancas. Disolver las cenizas en 1 a 2 mL de solución de ácido clorhídrico (4.3). Transferir el contenido de la cápsula cuantitativamente a un tubo de centrifuga (5.5), enjuagar la cápsula con alrededor de 20 mL de solución de ácido clorhídrico (4.4), centrifugar, y transferir el líquido que sobrenada a un frasco volumétrico de 50 mL (5.3). Adicionar un exceso de 10 mL de solución de ácido clorhídrico (4.4) al contenido del tubo de la centrifuga, centrifugar, y transferir el líquido que sobrenada al mismo frasco. Repetir este procedimiento usando 10 mL de agua y enrasar el volumen en el frasco volumétrico hasta el aforo con agua. Mezclar la solución.

### 6.3.2 Descomposición por el método húmedo

Introducir la porción de ensayo (6.2) a un frasco Kjeldahl (5.2). Si la porción de ensayo (6.2.1) contiene etanol, eliminarlo de antemano por ebullición, y dejar enfriar. Adicionar 10 mL de ácido nítrico (4.1), calentar, entonces añadir cuidadosamente 5 mL de ácido sulfúrico (4.2).

En algunos casos pudiera ser útil efectuar una digestión preliminar dejando la mezcla en contacto en el frasco por un período (toda la noche por ejemplo).

Colocar el frasco que contiene la mezcla sobre el equipo de calentamiento (5.7) y calentar cautelosamente para evitar espumaje excesivo.

Si es necesario, interrumpir el calentamiento y comenzar otra vez solamente cuando el espumaje vigoroso haya cesado.

Tan pronto como sea posible, poner el líquido hasta hervir y continuar la ebullición hasta que éste comience a tornarse carmelita. Entonces añadir, gota a gota, porciones de 1 a 2 mL de ácido nítrico (4.1).

Poner a bullir después de cada adición, pero evitar el calentamiento vigoroso. Una pequeña cantidad de ácido nítrico deberá siempre permanecer en la mezcla, como indicativo de la presencia de vapores nitrosos.

Cesar la adición de las porciones de ácido nítrico cuando la solución no se torne más carmelita con la adición del ácido. Continuar calentando hasta que aparezcan vapores blancos, indicando una alta concentración de ácido sulfúrico y una reducción en la de ácido nítrico. Si la solución se torna carmelita otra vez, continuar la adición del ácido nítrico y repetir las operaciones descritas encima hasta que el oscurecimiento cese.

Dejar la solución enfriar. La ausencia de color o la presencia de un color verde claro o amarillo indican que la digestión es completa.

Cuando la descomposición se termina, diluir la solución de ácido sulfúrico con unos pocos mililitros de agua. Transferir el contenido del frasco cuantitativamente al tubo de la centrífuga, enjuagando el frasco con alrededor de 10 mL de agua y colectando el agua de lavado en el tubo de la centrífuga. Centrifugar y transferir el líquido sobre nadante a un frasco volumétrico de 50 mL (5.3). Adicionar un exceso de 10 mL de agua al contenido del tubo de la centrífuga, centrifugar y transferir el líquido sobre nadante al mismo frasco. Repetir este procedimiento con otros 10 mL de agua y enrasar el volumen en el frasco volumétrico hasta el aforo con agua. Mezclar la solución.

### 6.3.3 Ensayo en blanco

Efectuar un ensayo en blanco, usando las mismas condiciones para la descomposición (6.3.1 o 6.3.2 según lo apropiado), pero reemplazando la porción de ensayo (6.2) por 10 mL de agua.

## 6.4 Determinación<sup>1)</sup>

### 6.4.1 Muestra descompuesta por el método seco

#### 6.4.1.1 Preparación del gráfico de calibración

Diluir la solución estándar de zinc (4.5) con la solución de ácido clorhídrico (4.4) para obtener cuatro soluciones que contengan 0,25 – 0,5 – 1 y 1,5 mg de zinc por litro.

---

<sup>1)</sup> También es posible usar soluciones obtenidas usando el método establecido en la NC ISO 5515 o la NC ISO 5516, con tal que las precauciones sean tomadas para evitar la presencia de zinc en los reactivos.

Aspirar cada una de estas soluciones, en orden, en la llama del espectrómetro (5.10), a una velocidad tal que la absorbancia máxima se obtenga para la solución que tenga un contenido de zinc de 1,5 mg/L. Registrar los valores correspondientes de absorbancia y dibujar el gráfico de calibración.

#### 6.4.1.2 Mediciones espectrométricas

Aspirar la solución de ensayo obtenida (6.3.1) y la solución de ensayo en blanco (6.3.3) en la llama del espectrómetro (5.10) a la misma velocidad que en 6.4.1.1. Registrar las absorbancias correspondientes<sup>2)</sup>.

La absorbancia de la solución de ensayo en blanco deberá ser menor o igual a 0,002.

#### 6.4.2 Muestra descompuesta por el método húmedo

##### 6.4.2.1 Preparación del gráfico de calibración

Diluir la solución estándar de zinc (4.5) con agua para obtener cuatro soluciones que contengan 2,5 – 5 – 10 y 15 mg de zinc por litro.

En una serie de cuatro frascos volumétricos de 50 mL (5.3), colocar 5 mL de cada una de estas soluciones. Adicionar 30 a 35 mL de agua, y entonces 5 mL de ácido sulfúrico (4.2). Mezclar, dejar enfriar y diluir hasta el aforo con agua. Mezclar. Estas soluciones contienen respectivamente 0,25 – 0,5 – 1 y 1,5 mg de zinc por litro.

Aspirar cada una de estas soluciones, en orden, en la llama del espectrómetro (5.10), a una velocidad tal que la absorbancia máxima se obtenga para la solución que tenga un contenido de zinc de 1,5 mg/L. Registrar los valores correspondientes de absorbancia y dibujar el gráfico de calibración.

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

##### 6.4.2.2 Mediciones espectrométricas

Aspirar la solución de ensayo (6.3.2) y la solución de ensayo en blanco (6.3.3) en la llama del espectrofotómetro (5.10) a la misma velocidad que en 6.4.2.1. Registrar las absorbancias correspondientes<sup>3)</sup>

La absorbancia de la solución de ensayo en blanco deberá ser menor o igual a 0,002.

---

<sup>2)</sup> Si la absorbancia de la solución de ensayo excede la de la solución de calibración más concentrada, medir la absorbancia de la solución de ensayo diluida con ácido clorhídrico (4.4).

<sup>3)</sup> Si la absorbancia de la solución de ensayo excede la de la solución de calibración más concentrada, medir la absorbancia de la solución de ensayo adecuadamente diluida con solución de ácido sulfúrico al 10 % (V/V).

## 7 Expresión de los resultados

### 7.1 Método de cálculo y fórmula

#### 7.1.1 Productos líquidos

El contenido de zinc, expresado en miligramos por litro de producto, está dado por la fórmula:

$$(c_1 - c_2) \times 5$$

Donde:

- $c_1$  es el contenido de zinc de la muestra, en miligramos por litro, leído desde el gráfico de calibración;<sup>4)</sup>
- $c_2$  es el contenido de zinc de la solución de la muestra en blanco, en miligramos por litro, leído desde el gráfico de calibración.

#### 7.1.2 Productos líquidos viscosos no homogéneos, pastosos, sólidos o secos

El contenido de zinc, expresado en miligramos por kilogramo de producto, está dado por la fórmula:

$$\frac{(c_1 - c_2) \times 50}{m}$$

Donde:

- $c_1$  es el contenido de zinc de la muestra, en miligramos por litro, leído desde el gráfico de calibración;<sup>4)</sup>
- $c_2$  es el contenido de zinc de la solución de la muestra en blanco, en miligramos por litro, leído desde el gráfico de calibración;
- $m$  es la masa, en gramos, de la porción de ensayo.

Si se desea expresar el contenido de zinc relativo al producto seco, tomar en cuenta el contenido de humedad de la muestra en el cálculo.

## 7.2 Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, sobre la misma muestra, no deberá exceder de 10 % (relativo).

## 8 Informe de ensayo

El informe de ensayo deberá mostrar el método usado y el resultado obtenido, indicando claramente el método de expresión usado. También deberá mencionar todos los detalles de operación no establecidos en esta Norma Cubana, o considerada como opcional, así como cualesquiera incidentes que pudieran afectar los resultados.

El informe de ensayo deberá dar toda la información necesaria para la identificación completa de la muestra.

---

<sup>4)</sup> Si la solución de ensayo fue diluida, usar el factor de dilución apropiado en el cálculo.