
NORMA CUBANA

NC

ISO 6636-3: 2010
(Publicada por la ISO en 1983)

**PRODUCTOS DE FRUTAS Y VEGETALES —
DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ZINC — PARTE 3:
MÉTODO ESPECTROMÉTRICO DE LA DITIZONA
(ISO 6636-3:1983, IDT)**

**Fruit and vegetable products — Determination of zinc content —
Part 3: Dithizone 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.
 - Sociedad Continental S.A (CUBALSE)
 - 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 6636-3: 1983 *Fruit and vegetable products – Determination of zinc content – Part 3: Dithizone spectrometric method*. En su adopción nacional se le ha añadido una nota aclaratoria adicional con letra de menor tamaño en el apartado 6.6.
- *Sustituye a la nc-iso 6636-3:2008* Productos de frutas y vegetales — Determinación del contenido de zinc — Parte 3: Método espectrométrico de la ditizona.

© 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 ZINC —
PARTE 3: MÉTODO ESPECTROMÉTRICO DE LA DITIZONA****1 Objeto y campo de aplicación**

Esta parte de la NC-ISO 6636 establece un método espectrofotométrico de la ditizona para la determinación del contenido de zinc de productos de frutas y vegetales.

2 Referencia

La norma que a continuación se relaciona contiene disposiciones válidas para esta Norma Cubana. Toda norma está sujeta a revisión por lo que las partes que basen sus acuerdos en esta norma deben estudiar la posibilidad de aplicar la edición más reciente de la norma indicada a continuación.

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

3 Principio

La descomposición de la materia orgánica, neutralización de la solución obtenida y adición de la solución de ditizona (1,5-difeniltiocarbazona). La extracción del complejo de zinc así formado con cloroformo y la medición espectrométrica de la absorbancia del extracto a una longitud de onda de 538 nm.

4 Reactivos

Todos los reactivos deberán ser de calidad analítica reconocida y, con la excepción de las soluciones estándar de zinc (4.8 y 4.9), deberán, en particular, estar libres de zinc. El agua usada deberá ser agua bidestilada o agua de al menos pureza equivalente.

4.1 Ácido sulfúrico: solución 25 % (V / V).

4.2 Amoníaco: solución 25 % (V / V).

4.3 Rojo fenol: solución indicadora.

Disolver, en un mortero, 0,1 g de fenolsulfoneftaleína en 2,85 mL de solución de hidróxido de sodio 0,1 mol/L y diluir a 100 mL con agua.

4.4 Acetato de sodio trihidrato: solución 100 g/L.

4.5 Tiosulfato de sodio: solución 250 g/L.

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

4.7 Cloroformo

4.8 Zinc: solución estándar correspondiente a 500 µg de zinc por mililitro.

En un frasco volumétrico de 1 000 mL, disolver 0,500 g de zinc granulado puro en 20 mL de ácido clorhídrico concentrado (4.6), y diluir hasta el aforo con agua.

4.9 Zinc: solución estándar correspondiente a 5 µg de zinc por mililitro.

En un frasco volumétrico de 1 000 mL, disolver 10 mL de la solución estándar de zinc (4.8) hasta el aforo con la solución de ácido clorhídrico de 0,04 mol/L (4.10).

Preparar esta solución en el momento de usarla.

5 Aparatos

NOTA – La contaminación pudiera conducir a altos valores en el ensayo en blanco y los aparatos usados deberán ser, por lo tanto, enjuagados con la solución de ditizona.

Los aparatos usuales en el laboratorio, y

5.1 Frascos volumétricos de un aforo: de 15, 50, 100, 500 y 1000 mL de capacidad.

5.2 Embudos de separación: de 250 mL de capacidad.

5.3 Espectrómetro: adecuado para hacer mediciones a una longitud de onda de 538 nm equipado con celdas de 1 cm de longitud de paso óptico.

6 Procedimiento

6.1 Preparación de la muestra de ensayo

Homogenizar la muestra de laboratorio completamente antes de tomar la porción de ensayo. Dejar que los productos congelados y ultra congelados se descongelen en un recipiente cerrado y mezclar el líquido formado durante este proceso con el producto durante la homogenización.

6.2 Porción de ensayo

Pesar, con exactitud de 0,01 g, de 5 a 10 g de la muestra de ensayo (6.1), de acuerdo con el contenido de zinc esperado.

6.3 Destrucción de la materia orgánica

Usar el procedimiento establecido en la NC ISO 5515.

NOTA – El molinado y tamizado de la muestra antes de la destrucción de la materia orgánica, si es necesario, deberá ser efectuado en equipo libre de aleaciones de zinc y/o cobre.

6.4 Determinación

De acuerdo con el contenido de zinc esperado, diluir la solución obtenida (ver 6.3) a 50 o 100 mL en un frasco volumétrico. Colocar 1 a 10 mL de esta solución en uno de los embudos de separación (5.2) y diluir a 20 mL con agua.

Efectuar los siguientes pasos con luz tenue.

Adicionar dos gotas del indicador rojo fenol (4.3) y hacer la solución alcalina por la adición de solución amoniacal (4.2) hasta que el color se torne de amarillo a rojo (pH 7,8 a 8,3). Enfriar la solución tibia a través de un flujo de agua, quitando y poniendo la tapa del embudo separador de vez en vez.

Adicionar a la solución enfriada, 1 mL de la solución de tiosulfato de sodio (4.5) y 15 mL de la solución de acetato de sodio (4.4). Adicionar, gota a gota, 3 mL de la solución de la extracción de la ditizona (4.12). Agitar vigorosamente por 3 min antes de la adición de la ditizona.

Dejar que las fases se separen. Si la fase orgánica es blanca, la extracción está completa. Si la fase orgánica está roja continuar adicionando, gota a gota, la solución de la extracción de la ditizona hasta que la fase orgánica se torne blanca. Agitar vigorosamente por 3 min. Dejar que las fases se separen.

NOTA – Si se adiciona una gran cantidad de la solución de la extracción de la ditizona de una vez a la fase orgánica se tornará verde y la muestra será inservible.

Recoger la fase orgánica en un frasco volumétrico de un aforo seco de 15 mL, diluir hasta el aforo con cloroformo (4.7) y mezclar completamente.

Medir la absorbancia de la solución usando el espectrómetro (5.3) puesto a una longitud de onda de 538 nm, usando luz atenuada y cloroformo puro como líquido de referencia.

NOTA – Si la solución de la muestra digerida contiene menos de 5 µg de zinc, la dilución descrita en el primer párrafo de 6.4 pudiera ser omitida. Este hecho deberá ser tomado en cuenta, sin embargo, cuando se prepare el gráfico de calibración.

6.5 Ensayo en blanco

Simultáneamente con cada juego de determinaciones, efectuar un ensayo en blanco reemplazando la muestra digerida con 10 mL de la solución de ácido sulfúrico (4.1) y procediendo como se describe en 6.4.

6.6 Preparación de la curva de calibración

En una serie de cuatro embudos separadores, introducir 1 – 2 – 4 y 5 mL de la solución estándar de zinc (4.9) y diluir 10 mL con la solución de ácido sulfúrico (4.1). Entonces adicionar los reactivos y efectuar la dilución con el cloroformo como se establece en 6.4.

Estas soluciones contienen 5 – 10 – 20 y 25 µg de zinc, respectivamente.

Medir la absorbancia de estas soluciones de calibración usando el espectrofotómetro siguiendo el procedimiento establecido en 6.4.

Chequear el gráfico de calibración cada día regularmente, ya que los valores de la absorbancia pudieran variar de acuerdo a la concentración de la solución de ditizona.

NOTA – Si la solución de la muestra digerida no se diluye (ver la nota para 6.4), colocar 0,2 – 0,4 – 0,6 y 0,8 mL de la solución estándar de zinc (4.9) en los embudos separadores, y entonces adicionar los reactivos establecidos en 6.4. Estas soluciones contienen 1 – 2 – 3 y 4 µg de zinc, respectivamente. Medir las absorbancias de estas soluciones de calibración usando el espectrómetro siguiendo el procedimiento establecido en 6.4.

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

6.7 Cantidad de determinaciones

Efectuar dos determinaciones de la misma muestra de ensayo tomada para la destrucción orgánica (ver 6.1).

7 Expresión de los resultados

7.1 Método de cálculo y fórmula

7.1.1 Cálculo de la absorbancia específica

De las absorbancias de las soluciones de calibración (ver 6.6), calcular las absorbancias específicas individuales de las fórmulas:

$$A_1 = \frac{E_1 - E_0}{5}$$

$$A_2 = \frac{E_2 - E_0}{10}$$

$$A_3 = \frac{E_3 - E_0}{20}$$

$$A_4 = \frac{E_4 - E_0}{25}$$

Donde:

A_1 , A_2 , A_3 y A_4 son las absorbancias específicas individuales;

E_1 , E_2 , E_3 y E_4 son las absorbancias determinadas como se describe en 6.6;

E_0 es la absorbancia de la solución en blanco.

Calcular la absorbancia específica promedio, A , de la fórmula

$$A = \frac{A_1 + A_2 + A_3 + A_4}{4}$$

7.1.2 Cálculo del contenido de zinc

El contenido de zinc, expresado en miligramos por kilogramo de producto, es igual a:

$$\frac{E \times V_0}{A \times m \times V_1}$$

Donde:

E es la absorbancia de la solución de ensayo;

A es la absorbancia específica promedio;

V_0 es el volumen total, en mililitros, de la solución de la muestra diluida y digerida (50 ó 100 mL) (ver 6.4);

V_1 es el volumen, en mililitros, de la porción alícuota de la solución de la muestra digerida transferida al embudo separador;

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

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 de ensayo no deberá exceder de 5% del valor medio.

8 Informe de ensayo

El informe de ensayo deberá mostrar el método usado y los resultados obtenidos. Debe también mencionar cualesquiera condiciones de operación no establecidas en esta parte de la NC ISO 6636, o en la Norma Cubana a la cual se hace referencia, o considerada como opcional, así como cualesquiera circunstancias las cuales pudieran haber influenciado sobre los resultados.

El informe de ensayo deberá dar los detalles requeridos para la identificación completa de la muestra.