
NORMA CUBANA

NC

ISO 7952: 2010
(Publicada por la ISO en 1994)

**FRUTAS, VEGETALES Y PRODUCTOS DERIVADOS —
DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE COBRE — MÉTODO
USANDO ESPECTROMETRÍA POR ABSORCIÓN ATÓMICA
CON LLAMA
(ISO 7952:1994, IDT)**

Fruits, vegetables and derived products — Determination of copper
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

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 representantes de las siguientes entidades:
 - Unión de Conservas de Vegetales (UCV – MINAL)
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad (CNICA – MINAL)
 - Instituto de Investigaciones de la Industria Alimenticia (IIA – 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 7952:1994 *Fruits, vegetables and derived products – Determination of copper content – Method using flame atomic absorption spectrometry*. En su adopción nacional se le han añadido notas aclaratorias con letra de menor tamaño en los apartados 5.1, 7.3 y en el Capítulo 8.

© 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 COBRE — MÉTODO USANDO ESPECTROMETRÍA POR ABSORCIÓN ATÓMICA CON LLAMA

1 Objeto y campo de aplicación

Esta Norma Cubana establece un método espectrométrico por absorción atómica con llama para la determinación del contenido de cobre de frutas, vegetales y productos derivados.

2 Referencia normativa

La norma que a continuación se relaciona contiene disposiciones válidas para esta Norma Cubana. En el momento de la publicación estaba en vigor la edición indicada. 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 5515:2008, *Frutas, vegetales y productos derivados – Descomposición de la materia orgánica antes de su análisis – Método húmedo.*

3 Principio

La descomposición de la materia orgánica por un método húmedo o seco y la determinación del contenido del catión Cu (II) por espectrometría de absorción atómica con llama.

4 Reactivos

Todos los reactivos deberán ser de grado analítico reconocido y, en particular, deberán estar libres de cobre. El agua usada deberá ser destilada dos veces en aparatos de vidrio borosilicato, o deberá ser agua de al menos pureza equivalente.

4.1 Ácido sulfúrico: concentrado ($\rho_{20} = 1,84$ g/mL).

4.2 Ácido nítrico: concentrado ($\rho_{20} = 1,38$ g/mL).

4.3 Ácido clorhídrico: diluido 1 + 1 (V/V).

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 0,1 mol/L.

Colocar 17 mL de ácido clorhídrico diluido (4.3) en un frasco volumétrico de un aforo de 100 mL y enrasar hasta el aforo con agua. Mezclar.

4.5 Cobre: solución estándar correspondiente a 1 g de cobre por litro.

Disolver en un frasco volumétrico de un aforo de 1 000 mL 3,929 g de sulfato de cobre pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) en agua doblemente destilada. Enrasar hasta el aforo con agua y mezclar.

Almacenar esta solución en un frasco de vidrio borosilicato tapado con tapa de vidrio esmerilada.

1 mL de esta solución estándar contiene 1 mg de Cu.

También es posible preparar una solución estándar de las siguientes maneras:

- a) Disolver en un frasco volumétrico de 1 000 mL de un aforo 1, 000 g de cobre metálico en 50 mL de una solución de 5 mol/L de ácido nítrico. Enrasar hasta el aforo con agua doblemente destilada y mezclar. Almacenar esta solución en un frasco de polietileno.
- b) Disolver en un frasco volumétrico de un aforo 3,798 g de nitrato de cobre trihidratado $[\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ en 250 mL de agua doblemente destilada. Enrasar hasta el aforo con agua y mezclar. Almacenar esta solución en un frasco de polietileno.

5 Aparatos

Antes de usar, lavar las cápsulas y toda la cristalería con ácido nítrico concentrado (4.2) caliente (70 °C a 80 °C) y enjuagar con agua doblemente destilada.

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

5.1 Molino mecánico: las paredes interiores y las cuchillas del cual deberán estar cubiertas con politetrafluoroetileno.

NOTA – Las cuchillas del molino también podrán ser de acero inoxidable.

5.2 Frascos de fondo redondo: de 250 mL, 500 mL o 1 000 mL de capacidad.

5.3 Cápsulas: hechas de platino o cuarzo, de 70 mm de diámetro.

5.4 Frascos volumétricos de un aforo: de 50 mL de capacidad.

5.5 Pipetas: de capacidad apropiada.

5.6 Tubos centrífuga: de 30 mL de capacidad, provistos con tapas resistentes al ácido.

5.7 Baño de agua: capaz de ser mantenido a una temperatura desde 20 °C hasta el punto de ebullición.

5.8 Horno mufla eléctrico: capaz de ser mantenido a una temperatura de 525 °C \pm 25 °C, y preferiblemente capaz de que la temperatura sea programada en etapas sucesivas desde 20 °C hasta 525 °C \pm 25 °C.

5.9 Centrífuga de laboratorio: capaz de mantener una frecuencia rotacional de 1 600 min^{-1} , y adecuada para el uso con los tubos centrífuga (5.6).

5.10 Espectrómetro de absorción atómica: provisto con un quemador de aire/acetileno, adecuado para mediciones a una longitud de onda de 324,7 nm.

5.11 Balanza analítica: capaz de pesar con una exactitud de $\pm 0,01$ g.

6 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 molerlas en el molino mecánico (5.1).

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

7 Procedimiento

7.1 Porción de ensayo

7.1.1 Productos líquidos homogéneos

Usando una pipeta, tomar 10 mL de la muestra de ensayo (apartado 6).

7.1.2 Productos líquidos viscosos, y no homogéneos, y productos deshidratados, sólidos o pastosos

Pesar, con exactitud aproximada de 0,01 g, de 1 g a 10 g de la muestra de ensayo (apartado 6), de acuerdo a la naturaleza del producto.

7.2 Descomposición

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

7.2.1 Descomposición usando el método seco

7.2.1.1 Colocar la porción de ensayo (7.1) en una cápsula (5.3) y entonces proceder de acuerdo con 7.2.1.2 ó 7.2.1.3.

7.2.1.2 Colocar la cápsula sobre un baño de agua (5.7) regulado a 20 °C. Llevar la temperatura del agua progresivamente hasta el punto de ebullición (con el fin de evitar pérdidas por un calentamiento rápido), entonces evaporar hasta la sequedad.

Continuar la descomposición en un horno mufla (5.8) regulado a 525 °C.

7.2.1.3 Si en el horno mufla eléctrico (5.8) puede ser programada la temperatura en etapas progresivas desde 20 °C hasta 525 °C, es preferible colocar la cápsula directamente en el horno mufla eléctrico programado.

NOTA 1 – Es preferible secar la porción de ensayo por medio de un horno mufla eléctrico programado que por evaporación sobre un baño de agua a fin de evitar pérdidas debido al calentamiento rápido.

7.2.1.4 Si las partículas carbonizadas persisten, adicionar unas pocas gotas del ácido nítrico (4.2), evaporar sobre un baño de agua hirviendo (5.7) [o en el horno (5.8) a una temperatura de menos de 100 °C] entonces calentar en el horno mufla hasta 525 °C hasta que la ceniza resultante se haya tornado blanca.

7.2.1.5 Disolver la ceniza en aproximadamente 1 mL a 2 mL de solución de ácido clorhídrico (4.4).

NOTA 2 – Esta disolución ayuda a la transformación de las sales minerales en cloruros fácilmente disociables.

Transferir cuantitativamente la solución con la ceniza a un tubo centrífuga (5.6), enjuagando la cápsula con aproximadamente 20 mL de solución de ácido clorhídrico (4.4), entonces centrifugar.

Remover el líquido supernadante y colocar éste en un frasco volumétrico de 50 mL (5.4). Diluir el residuo en el tubo centrífuga usando 10 mL de la solución de ácido clorhídrico (4.4), centrifugar una vez más, remover el líquido supernadante y adicionar éste al frasco volumétrico.

Diluir el residuo en el tubo centrífuga usando 10 mL de agua, centrifugar, remover el líquido supernadante y adicionar éste al frasco volumétrico. Enrasar hasta el aforo con agua y mezclar la solución.

7.2.2 Descomposición usando el método húmedo

Colocar la porción de ensayo (7.1) en un frasco de fondo redondo de capacidad apropiada para el tamaño de la porción de ensayo. Si la porción de ensayo contiene etanol, remover el etanol por evaporación. Adicionar 5 mL del ácido nítrico (4.2), calentar, entonces adicionar cuidadosamente 5 mL del ácido sulfúrico (4.1)¹. Entonces proceder como se describe en la NC-ISO 5515:2008, apartado 6.3.1, segundo al octavo párrafos.

Tan pronto como la descomposición se complete, diluir la solución de ácido sulfúrico con unos pocos mililitros de agua. Transferir cuantitativamente la solución a un tubo centrífuga (5.6), enjuagando el frasco con alrededor de 10 mL de agua y colectando los lavados en el tubo centrífuga. Centrifugar si es necesario, entonces remover el líquido supernadante y colocar éste en un frasco volumétrico de 50 mL (5.4). Diluir el residuo en el tubo centrífuga usando 10 mL de agua, centrifugar una vez más, remover el líquido supernadante y adicionar éste a un frasco volumétrico. Repetir la dilución y el procedimiento de centrifugación con otros 10 mL de agua. Enfriar la solución en un frasco volumétrico, enrasar hasta el aforo con agua y mezclar.

7.2.3 Solución en blanco

Preparar una solución en blanco usando el mismo procedimiento para la descomposición (7.2.1 o 7.2.2) pero reemplazando la porción de ensayo (7.1) con 10 mL de agua.

7.3 Determinación

7.3.1 Porción de ensayo descompuesta usando el método seco

¹ Para ciertos productos, 10 mL de ácido sulfúrico pueden ser usados, en tal caso las concentraciones del ácido sulfúrico usado en la preparación de la curva de calibración (7.3.2.1) deberá ser consecuentemente modificada.

7.3.1.1 Preparación del gráfico de calibración

Diluir la solución estándar de cobre (4.5) con la solución de ácido clorhídrico (4.4) para obtener cinco soluciones con un contenido de cobre de 0,2 mg/L, 0,4 mg/L, 0,6 mg/L, 0,8 mg/L y 1 mg/L respectivamente.

Aspirar cada una de las soluciones de calibración, en turno, en la llama del espectrofotómetro (5.10), a una velocidad tal que el valor de la máxima absorbancia sea obtenido para la solución que tenga un contenido de cobre de 1 mg/L.

Tomar cuidado para mantener la velocidad de aspiración constante a lo largo de la preparación del gráfico de calibración. Rociar agua con el quemador después de cada medición.

Registrar los valores correspondientes de absorbancia y plotear el gráfico de calibración.

7.3.1.2 Mediciones espectrofotométricas

Aspirar en la llama del espectrofotómetro (5.10), a la misma velocidad de aspiración como se ha usado en 7.3.1.1, la solución de ensayo obtenida en 7.2.1 y la solución en blanco obtenida en 7.2.3. Registrar las absorbancias correspondientes.

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

Si la absorbancia de la solución de ensayo es mayor que aquella de la solución más concentrada usada para preparar el gráfico de calibración, diluir la solución de ensayo con solución de ácido clorhídrico (4.4) como necesario y medir la absorbancia.

7.3.2 Porción de ensayo descompuesta usando el método húmedo

7.3.2.1 Preparación del gráfico de calibración

Diluir la solución estándar de cobre (4.5) con agua para obtener cinco soluciones con un contenido de cobre de 2 mg/L, 4 mg/L, 6 mg/L, 8 mg/L y 10 mg/L respectivamente.

En una serie de cinco frascos volumétricos de un aforo de 50 mL (5.4), colocar 5 mL de cada una de estas soluciones (una disolución por frasco volumétrico). Adicionar 30 mL a 35 mL de agua y entonces 5 mL de ácido sulfúrico (4.1) a cada frasco. Mezclar, dejar enfriar, y entonces enrasar hasta el aforo con agua y mezclar otra vez.

El contenido de cobre de estas soluciones es 0,2 mg/L, 0,4 mg/L, 0,6 mg/L, 0,8 mg/L y 1 mg/L respectivamente.

Aspirar cada una de estas soluciones, en turno, en la llama del espectrofotómetro (5.10), a una velocidad tal que el valor máximo de la absorbancia se obtiene para la solución que tenga un contenido de cobre de 1 mg/L.

Tener cuidado para mantener la velocidad de la aspiración constante durante la preparación del gráfico de calibración. Rociar agua a través del quemador después de cada medición.

Registrar los valores correspondientes de absorbancia y plotear el gráfico de calibración.

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

8 Cálculo

8.1 Productos líquidos homogéneos

El contenido de cobre de la muestra, expresada en miligramos por litro de producto, es igual a:

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

Donde:

c_1 es el contenido de cobre de la solución de ensayo, expresado en miligramos por litro, leído desde el gráfico de calibración;

c_2 es el contenido de cobre de la solución en blanco, expresado en miligramos por litro, leído desde el gráfico de calibración.

Si la solución de ensayo fue diluida, tomar el factor de dilución dentro de la cantidad en el cálculo.

Si se desea expresar el contenido de cobre del producto seco, tomar el contenido de humedad de la muestra dentro de la cantidad en el cálculo.

8.2 Productos viscosos líquidos, y productos no homogéneos, pastosos, sólidos y deshidratados

El contenido de cobre de la muestra, expresado en miligramos por kilogramo de producto, es igual a:

$$\frac{(c_1 - c_2)}{m_0} \times 50$$

Donde:

c_1 es el contenido de cobre de la solución de ensayo, expresado en miligramos por litro, leído desde el gráfico de calibración;

c_2 es el contenido de cobre de la solución en blanco, expresado en miligramos por litro, leído desde el gráfico de calibración;

m_0 es la masa, en gramos, de la porción de ensayo.

Si la solución de ensayo fue diluida, tomar el factor de dilución dentro de la cantidad en el cálculo.

Si se desea expresar el contenido de cobre del producto seco, tomar el contenido de humedad de la muestra dentro de la cantidad en el cálculo.

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

9 Repetibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados independientes del ensayo, obtenidos usando el mismo método sobre idéntico material de ensayo en el mismo laboratorio por el mismo operador usando el mismo equipo dentro de un intervalo corto de tiempo, no deberá ser mayor que el 10 % de la media aritmética de los dos resultados.

10 Informe de ensayo

El informe de ensayo deberá especificar:

- el método en correspondencia con el muestreo que fue efectuado, si es conocido,
- el método usado,
- el resultado(s) obtenido, y
- si la repetibilidad ha sido chequeada, el resultado final citado obtenido.

También deberá mencionar cualquier detalle de operación no especificado en esta Norma Cubana, o considerado como opcional, junto con detalles de cualquier incidente o incidentes los cuales puedan haber influenciado los resultados.

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