
NORMA CUBANA

NC

ISO 9526: 2010
(Publicada por la ISO en 1990)

**FRUTAS, VEGETALES Y PRODUCTOS DERIVADOS —
DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HIERRO POR
ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA POR LLAMA
(ISO 9526:1990, IDT)**

Fruits, vegetables and derived products – Determination of iron content by 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 9526: 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 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 (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 9526: 1990 *Fruits, vegetables and derived products – Determination of iron content by flame atomic absorption spectrometry* y sustituye lo establecido para la determinación del contenido de hierro 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 7.3.
- Sustituye a la NC-ISO 9526:2008 Frutas, Vegetales y Productos Derivados. Determinación del Contenido de Hierro por Espectrometría de Absorción Atómica por Llama.

© 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 HIERRO POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA POR LLAMA

1 Objeto

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

2 Referencias normativas

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

NC-ISO 5515:2008, Frutas, vegetales y productos derivados – Descomposición de la materia orgánica antes de su análisis – Método húmedo.

NC-ISO 5516:2008, 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 un método seco o húmedo y la determinación del contenido del catión Fe^{+2} por espectrometría de absorción atómica por llama.

4 Reactivos

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

4.1 Ácido sulfúrico: concentrado (ρ_{20} 1,84 g/mL).

4.2 Ácido nítrico: concentrado (ρ_{20} 1,38 g/mL).

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

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

4.4 Ácido clorhídrico: solución de aproximadamente 0,1 mol/L.

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

4.5 Hierro: solución estándar correspondiente a 1 g de hierro por litro.

En un frasco volumétrico de un aforo de 1 000 mL, disolver 7,022 g de amonio hierro (II) sulfato hexahidrato $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ en agua y diluir hasta el aforo con agua.

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

1 mL de esta solución contiene 1 mg de Fe.

5 Aparatos

Antes de usar, lavar las cápsulas y toda la cristalería con ácido nítrico tibio (70 °C a 80 °C) y enjuagar usando agua bidestilada.

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

5.1 Molino mecánico: el interior y las cuchillas del cual están cubiertos con politetrafluoroetileno.

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

5.2 Frasco de fondo redondo: de 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: para la preparación de las soluciones de calibración.

5.6 Papeles de filtro: libres de ceniza.

5.7 Baño de agua hirviendo

5.8 Horno mufla calentado eléctricamente: capaz de ser controlado a $525\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.

5.9 Espectrofotómetro de absorción atómica: acoplado con un quemador de aire-acetileno, adecuado para mediciones a una longitud de onda de 248,3 nm.

5.10 Lámpara infrarroja o, en la ausencia de ésta, un quemador Bunsen.

5.11 Balanza analítica

6 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 entonces moler usando el molino mecánico (5.1).

Los productos congelados y ultra congelados deberán ser previamente derretidos en una vasija cerrada, y el líquido formado durante este proceso deberá ser adicionado al producto antes de ser mezclado.

7 Procedimiento

7.1 Porción de ensayo

Pesar, con exactitud de 0,01 g, de 5 g a 10 g de la muestra de ensayo (Capítulo 8), 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

Poner la porción de ensayo (7.1) en una de las cápsulas (5.3) y colocarla sobre el baño de agua hirviendo (5.7). Evaporar hasta la sequedad. Comenzar la combustión de la materia orgánica usando la lámpara infrarroja (5.10) o, en ausencia de ésta, usando un mechero Bunsen, y continuar la descomposición en el horno mufla calentado eléctricamente (5.8), controlado a $525\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$, hasta que la ceniza resultante se torne blanca. Si persisten partículas carbonizadas, adicionar varias gotas de ácido nítrico (4.2) a las cenizas, evaporar hasta la sequedad en un baño de agua hirviendo y entonces poner la cápsula y su contenido nuevamente en el horno mufla. Disolver las cenizas en aproximadamente 1 mL a 2 mL de solución de ácido clorhídrico (4.3), adicionar aproximadamente 20 mL de agua destilada y dejar la cápsula sobre el baño de agua hirviendo hasta que comience la evaporación. Adicionar 20 mL de la solución de ácido clorhídrico (4.4) y calentar en el baño de agua por 5 min aproximadamente.

Filtrar a través de papel de filtro libre de cenizas (5.6) y coleccionar el filtrado en un frasco volumétrico de un aforo de 50 mL (5.4). Enjuagar la cápsula y el papel de filtro varias veces usando 5 mL a 10 mL volúmenes de solución de ácido clorhídrico (4.4), y coleccionar los lavados en el frasco volumétrico de un aforo. Llenar hasta el aforo con la solución de ácido clorhídrico (4.4) y mezclar.

7.2.2 Descomposición usando el método húmedo

Poner la porción de ensayo (7.1) en un frasco de fondo redondo (5.2). Si la porción de ensayo contiene etanol, remover el etanol por evaporación. Adicionar 5 mL de ácido nítrico (4.2), calentar, entonces adicionar cuidadosamente 5 mL de ácido sulfúrico (4.1)¹⁾ y entonces proceder como se establece en la NC ISO 5515: 2007, apartado 6.3.1, segundo hasta octavo párrafos.

Cuando la descomposición está completa, diluir la solución de ácido sulfúrico con unos pocos mililitros de agua, filtrar a través de un papel de filtro libre de cenizas (5.6) y coleccionar el filtrado en un frasco volumétrico de un aforo. Mezclar, dejar enfriar y llevar hasta el aforo con agua. Mezclar la solución.

7.2.3 Ensayo en blanco

Efectuar un ensayo en blanco, usando el mismo procedimiento para la descomposición (7.2.1 o 7.2.2), pero reemplazando la porción de ensayo (7.1) por 10 mL de agua.

¹⁾ Para ciertos productos, pueden ser usados 10 mL de ácido sulfúrico, en tales casos las concentraciones de ácido sulfúrico usadas en la preparación de la curva de calibración (7.3.2.1) deberán ser respectivamente modificadas.

7.3 Determinación

7.3.1 Porción de ensayo descompuesta usando el método seco

7.3.1.1 Preparación del gráfico de calibración

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

Aspirar cada una de estas soluciones, en orden, en la llama del espectrofotómetro (5.9), a una velocidad tal que el valor de absorbancia máxima se obtiene para la solución que tiene un contenido de hierro de 1,6 mg/L.

Tener cuidado de mantener constante la velocidad de aspiración en toda la preparación del gráfico de calibración. Atomizar 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 puede ser realizado en equipos de tecnología moderna con software para el procesamiento de la información por computación.

7.3.1.2 Aspiración

Aspirar en la llama del espectrofotómetro (5.9), a la misma velocidad de aspiración que 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.

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

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

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 hierro (4.5) con agua hasta obtener cuatro soluciones con un contenido de hierro de 4 mg/L, 8 mg/L, 12 mg/L y 16 mg/L respectivamente.

En una serie de cuatro frascos volumétricos de un aforo de 50 mL (5.4) colocar 5 mL de cada una de estas soluciones (una dilución por frasco volumétrico). Adicionar aproximadamente 35 mL de agua, y entonces 5 mL del ácido sulfúrico (4.1). Mezclar, dejar enfriar y diluir hasta el aforo con agua. Mezclar. El contenido de hierro de estas soluciones es 0,4 mg/L, 0,8 mg/L, 1,2 mg/L y 1,6 mg/L respectivamente.

Aspirar cada una de estas soluciones, en orden, en la llama del espectrómetro (5.9), a una velocidad tal que el valor de la máxima absorbancia se obtenga para la solución que tenga el contenido de hierro de 1,6 mg/L.

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

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

7.3.2.2 Aspiración

Aspirar en la llama del espectrofotómetro (5.9), a la misma velocidad de aspiración que se ha usado en 7.3.2.1, la solución de ensayo obtenida en 7.2.2 y la solución en blanco obtenida en 7.2.3. Registrar las absorbancias correspondientes.

Si la absorbancia de la solución de ensayo es más grande que la de la solución más concentrada usada para preparar el gráfico de calibración, diluir la solución de ensayo con una solución de ácido sulfúrico 10 % (V/V) y medir la absorbancia.

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

8 Expresión de los resultados

8.1 Método de cálculo

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

$$\frac{C_1 - C_2}{m_0} \times 50$$

Donde:

- C_1 es el contenido de hierro de la solución de ensayo expresada en miligramos por litro, leído del gráfico de calibración;
- C_2 es el contenido de hierro de la solución de ensayo en blanco, expresada en miligramos por litro, leído del 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 en cuenta en el cálculo.

Si se desea expresar el contenido de hierro del producto seco, tomar el contenido de humedad de la muestra en cuenta en el cálculo.

8.2 Repetibilidad

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

9 Informe de ensayo

El informe de ensayo deberá especificar el método usado y los resultados obtenidos indicando claramente el método de expresión usado. Deberá también mencionar todos los detalles de operación no especificados en esta Norma Cubana, o considerados como opcionales, junto con otros detalles de cualquier incidente el cual pudiera haber influenciado los resultados.

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