
NORMA CUBANA

NC

ISO 6634: 2012
(Publicada por la ISO en 1982)

**FRUTAS, VEGETALES Y PRODUCTOS DERIVADOS —
DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ARSÉNICO —
MÉTODO ESPECTROFOMÉTRICO DEL
DIETILDITIOCARBAMATO DE PLATA
(ISO 6634: 1982, IDT)**

**Fruits, vegetables and derive products —
Determination of arsenic content —
Silver diethyldithiocarbamate spectrophotometric methods**

ICS: 67.080.01

1. Edición Mayo 2012
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 El Vedado, 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 Organismo 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 normativos 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:
 - Grupo Empresarial de Conservas de Vegetales
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad
 - Instituto de Investigaciones de la Industria Alimentaria
 - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos
 - Instituto Superior Politécnico José A. Echeverría
 - Ministerio del Comercio Interior
 - Unión Agropecuaria Militar
 - Laboratorio CUBACONTROL S.A
 - ALIMPORT
 - Empresas Industrias Alimentarias (Poder Popular)
 - Aduana General de la República de Cuba
 - Centro de Gestión y Desarrollo de la Calidad
 - Oficina Nacional de Normalización

- Es una adopción idéntica de la Norma Internacional ISO 6634:1982 *Fruits, vegetables and derived products – Determination of arsenic content – Silver diethyldithiocarbamate spectrophotometric method*. En su adopción nacional se le han añadido notas aclaratorias con letra de menor tamaño en los apartados 6.8 y 7.1.

© NC, 2012

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, El Vedado, La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

FRUTAS, VEGETALES Y PRODUCTOS DERIVADOS — DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ARSÉNICO — MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO DEL DIETILDITIOCARBAMATO DE PLATA

1 Objeto y campo de aplicación

Esta Norma Cubana establece un método para la determinación del contenido de arsénico de frutas, vegetales y productos derivados.

2 Referencia normativa

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 una porción de ensayo, la reducción del arsénico (V) a arsénico (III) con cloruro de estaño (II) y la transformación del arsénico en arseniuro por la acción del hidrógeno nascente. La formación de un complejo coloreado rojo por la acción del arseniuro sobre el dietilditiocarbamato de plata y la medición espectrométrica a una longitud de onda de 520 nm.

4 Reactivos

Todos los reactivos deberán ser de pureza analítica reconocida y deberán, en particular, estar libres de arsénico [con la excepción de la solución estándar de arsénico]. El agua usada deberá ser agua destilada o agua de al menos pureza equivalente.

4.1 Ácido sulfúrico: $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.

4.2 Ácido nítrico: $\rho_{20} = 1,38$ g/ml.

4.3 Ácido perclórico: $\rho_{20} = 1,67$ g/ml.

4.4 Zinc platinizado: preparado como sigue.

Colocar una porción de zinc granulado en una cápsula, y echar en un volumen suficiente solución de cloruro de platino de 0,05 g/l para cubrir el zinc. Dejarla en contacto por 30 min, verter fuera el líquido, lavar con agua, dejar que el zinc platinizado drene sobre un cuadrado de papel secante plegado en varias capas. Y dejar secar. Almacenar en un frasco.

El zinc platinizado así preparado deberá ser sometido a una prueba preliminar (ver 6.1.1).

NOTA – Los gránulos de zinc no platinizado pueden ser usados si el producto se muestra a ser adecuado por la prueba preliminar.

4.5 Hidróxido de potasio: en perlas.

4.6 Solución de cloruro de estaño (II): preparada como sigue.

Efectuar un ataque frío sobre 20 g de estaño granulado puro con 100 ml de ácido clorhídrico concentrado ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml).

Almacenar en la presencia de estaño metálico, protegido del aire, en un frasco provisto de un aparato de seguridad (para evitar las sobrepresiones causadas por la liberación de hidrógeno).

4.7 Ioduro de potasio: solución de 100 mg/L.

4.8 Hidróxido de sodio: solución volumétrica estándar, $c(\text{NaOH}) = 1$ mol/L.

4.9 Arsénico: solución estándar correspondiente a 10 mg de arsénico (V) por litro, preparado como sigue.

4.9.1 Disolver, en un frasco de 500 ml, 264 de trióxido de arsénico, puro y seco en 10 ml de solución de hidróxido de sodio (4.8), llevar el volumen a alrededor de 100 ml con agua, adicionar 15 ml de solución de ácido clorhídrico 1 mol/L y dos gotas de bromuro; calentar hasta bullir con el fin de expeler el exceso de bromuro, enfriar, transferir cuantitativamente hasta un frasco volumétrico de 200 ml y enrasar hasta el aforo con agua.

1 ml de esta solución contiene 1 mg de arsénico.

4.9.2 Por medio de una pipeta, transferir 10 ml de la solución (4.9.1) a un frasco volumétrico de 1 000 ml. Enrasar hasta el aforo con agua.

1 ml de esta solución estándar contiene 10 μg de arsénico (V).

4.10 Dietilditiocarbamato de plata: solución estándar, preparada como sigue.¹

4.10.1 Disolver 3,4 g de nitrato de plata en 200 ml de agua; enfriar la solución hasta temperatura cercana a los 10 °C.

4.10.2 Disolver 4,5 g de dietilditiocarbamato de plata en 200 ml de agua; enfriar esta solución hasta la misma temperatura que la solución de nitrato de plata (4.10.1).

4.10.3 Adicionar, lentamente, y con agitación constante, la solución de dietilditiocarbamato de sodio a la solución de nitrato de plata; colectar el precipitado sobre un crisol de vidrio de porosidad grado P 40, lavar con agua previamente enfriada a una temperatura cercana a los 10 °C, entonces secar bajo presión reducida a temperatura ambiente, en la oscuridad.

Disolver el dietilditiocarbamato de plata secado en piridina fría. Adicionar agua fría al precipitar este producto. Filtrar el precipitado y lavar con agua fría hasta que todas las trazas de piridina se hayan eliminado (esto puede ser verificado usando un papel indicador de pH: el pH de los lavados no deberá ser mayor que 6,5). Secar los cristales amarillos claros de dietilditiocarbamato de plata en una desecadora bajo presión reducida.

¹ Este reactivo también está disponible comercialmente.

Los cristales deberán guardarse en un lugar oscuro y frío, dentro de un frasco sellado con una tapa de vidrio esmerilado.

4.10.4 Disolver 0,4 g de L-efedrina en alrededor de 200 ml de cloroformo, adicionar 0,6 g de cristales de dietilditiocarbamato de plata (4.10.3), agitar por 15 a 20 min, filtrar y enrasar el volumen hasta 250 ml con cloroformo.

Este reactivo puede ser almacenado en un refrigerador en la oscuridad por unas dos semanas en un frasco bien tapado.

4.11 Fenolftaleína: 10 g/L de solución alcohólica.

5 Aparatos

El equipamiento ordinario de laboratorio, y en particular

5.1 Frascos de fondo redondo: de 1 000 ml de capacidad.

5.2 Frascos volumétricos: de 50 y 250 ml de capacidad.

5.3 Vasos de precipitado: de 50 ml de capacidad.

5.4 Pipetas: de capacidad 1, 2, 5, 10, 20 y 50 ml.

5.5 Bureta

5.6 Aparatos para la determinación de arsénico: por ejemplo tal como se muestra en la figura, que comprende:

5.6.1 Frasco cónico: de 100 ml de capacidad, fijado con un tornillo de hilo unido al sistema para la conexión a la columna 5.6.2.

5.6.2 Columna: de 200 mm de altura y 15 mm de diámetro, para fijar el frasco a su base y fijada con un tornillo de hilo unido al tope.

5.6.3 Tubo de descarga: de diámetro interno de 4 mm, inclinado dos veces, ángulos a la derecha de 80 mm separados, para fijar la columna (5.6.2) a un extremo y adelgazado en el extremo opuesto.

5.6.4 Burbujeador: el cual puede consistir de un cilindro de medición de 10 ml de capacidad graduado en divisiones de 0,1 ml.

5.7 Espectrofotómetro: adecuado para el uso en la región visible del espectro, para medidas de absorbancia a 520 nm, fijado con celdas adecuadas de longitud de paso óptico de 10 mm.

5.8 Balanza analítica

6.1 Pruebas preliminares sobre los reactivos²

6.1.1 Verificación de la reactividad del zinc y la solución de dietilditiocarbamato de plata

6.1.1.1 Colocar, al fondo de la columna (5.6.2) del aparato (5.6), un tapón de lana de vidrio y adicionar perlas de hidróxido de potasio (4.5) a una altura de 6 a 8 cm. Fijar el tubo de descarga (5.6.3) a la columna (5.6.2).

Colocar el extremo del tubo de descarga (5.6.3) en el burbujeador (5.6.4) en el cual han sido colocados 4 ml de solución de dietilditiocarbamato (4.10). Enfriar el reactivo mediante la colocación del tapón en un baño de agua helada.

6.1.1.2 Colocar en el frasco cónico (5.6.1) 0,5 ml de solución estándar de arsénico (4.9) y suficiente agua para llevar el volumen hasta alrededor de 35 ml; adicionar 5 ml de ácido sulfúrico (4.1), enfriar, adicionar 2 gotas de la solución de cloruro de estaño (II) (4.6), y entonces 5 ml de solución de ioduro de potasio (4.7). Dejar en contacto por 15 min, adicionar 5 g de zinc platinizado (4.4), y tapar rápidamente fijando la columna (5.6.2) y el tubo de descarga (5.6.3).

Colocar el frasco cónico en un baño de agua fría y poner el aparato entero en un lugar oscuro.

6.1.1.3 Permitir que la reacción ocurra por al menos 1 h. Quitar el tubo de descarga (5.6.3). Si es necesario, ajustar el volumen en el burbujeador hasta 4 ml con la solución de dietilditiocarbamato de plata (4.10). Mezclar.

Por medio del espectrofotómetro (5.7), medir la absorbancia a 520 nm de la solución en el burbujeador, usando como solución de referencia la solución de dietilditiocarbamato de plata (4.10). La absorbancia deberá ser al menos 0,12.

6.1.2 Verificación de la ausencia de arsénico en los reactivos

6.1.2.1 Preparar la columna (5.6.2), el tubo de descarga (5.6.3) y el burbujeador (5.6.4) del aparato (5.6) en la misma manera que para la prueba establecida en 6.1.1.1.

6.1.2.2 Colocar en el frasco cónico (5.6.1) 35 ml de agua y 5 ml de ácido sulfúrico (4.1) y enfriar; entonces adicionar 2 gotas de solución de cloruro de estaño (II) (4.6), y 5 ml de solución de ioduro de potasio (4.7). Dejar en contacto por 15 min, adicionar 5 g de zinc platinizado (4.4), tapar rápidamente fijando la columna (5.6.2) y el tubo de descarga (5.6.3) y colocar el aparato en un lugar oscuro.

Proceder como se describe en 6.1.1.3.

La absorbancia, comparada con aquella de la solución de dietilditiocarbamato de plata tomada como referencia (4.10), deberá ser menos de 0,015.

NOTA La ausencia de arsénico en los ácidos clorhídrico y nítrico se verifican por el ensayo en blanco (6.4).

² Estas pruebas deberán efectuarse solamente cuando se use un nuevo proveedor de reactivos.

6.2 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.

Permitir que los productos congelados o ultra congelados se descongelen de antemano en un envase cerrado, y adicionar el líquido formado durante este proceso antes de la homogenización.

6.3 Porción de ensayo

6.3.1 Productos líquidos

Por medio de una pipeta, transferir 50 ml de la muestra de ensayo (6.2) a un frasco de 1 000 ml (5.1).

Si el líquido contiene etanol, expeler éste por ebullición, y permitir enfriar.

6.3.2 Productos deshidratados, sólidos o pastosos

Pesar, con exactitud de 0,01 g, una masa de la muestra de ensayo (6.2) correspondiente a 50 a 100 g de producto fresco, de acuerdo a la naturaleza de la muestra, y colocando ésta en un frasco de 1 000 ml (5.1).

NOTA Si la muestra es rica en materia orgánica, la descomposición requerirá más tiempo y la porción de ensayo deberá, por tanto, ser la mínima.

6.4 Ensayo en blanco

Efectuar un ensayo en blanco siguiendo los mismos procedimientos que para la determinación, pero reemplazando la porción de ensayo por 50 ml de agua.

NOTA El ensayo en blanco no es necesario si se ha verificado la ausencia de arsénico en los reactivos usados para la descomposición.

6.5 Descomposición

Adicionar a los contenidos del frasco 10 ml del ácido sulfúrico (4.1) y 20 a 30 ml del ácido nítrico (4.2), si es necesario, unas pocas gotas del ácido perclórico (4.3). Proceder como se describe en la NC ISO 5515.

Cuando la descomposición se completa, transferir la solución a un frasco volumétrico de 50 ml (5.2), enjuagar el frasco original con agua, y usar los enjuagues para llevar el volumen en el frasco volumétrico hasta el aforo. Mezclar por agitación.

6.6 Valoración de la acidez de la solución

Transferir, por medio de una pipeta, 2 ml de la solución obtenida en 6.5 a un vaso de precipitado (5.3), diluir con unos pocos mililitros de agua, y valorar contra la solución de hidróxido de sodio (4.8) en la presencia de dos gotas de fenolftaleína (4.11).

La concentración, C , del ácido sulfúrico en la solución obtenida en 6.5, expresada en gramos por 100 ml, es igual a:

$$0,049 \times n \times 50$$

donde n es el volumen, en mililitros, de la solución de hidróxido de sodio (4.8) usada,

o, expresada en mililitros de ácido sulfúrico ($\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$) por 100 ml de solución

$$C^1 = \frac{C}{1,84}$$

6.7 Determinación colorimétrica

6.7.1 Preparar la columna (5.6.2), el tubo de descarga (5.6.3) y el burbujeador (5.6.4) del aparato (5.6) como se indica en 6.1.1.1.

6.7.2 Colocar en frasco cónico (5.6.1) un volumen, V_1 de la solución obtenida en 6.5, correspondiente a 5 ml de ácido sulfúrico puro, calculado de la fórmula

$$V = \frac{5 \times 100}{C^1}$$

Si es necesario, adicionar agua para obtener un volumen de alrededor de 40 ml. Permitir enfriar.

Adicionar dos gotas de la solución de cloruro de estaño (II) (4.6) y 5 ml de la solución de yoduro de potasio (4.7). Dejar en contacto por 15 min. Adicionar 5 g de zinc platinizado (4.4) al contenido de del frasco cónico (5.6.1). Rápidamente tapar el frasco fijando la columna (5.6.2) y el tubo de descarga (5.6.3) y colocar el aparato en la oscuridad, con el frasco cónico colocado en un baño de agua fría.

6.7.3 Permitir la reacción para proceder por al menos 1 h. Remover el tubo de descarga. Ajustar el volumen en el burbujeador a 4 ml con solución de dietilditiocarbamato de plata (4.10).

Por medio del espectrofotómetro (5.7), medir la absorbancia a 520 nm de la solución obtenida, usando la solución de ensayo en blanco (6.4), o la solución de dietilditiocarbamato de plata (4.10), como solución de referencia, de acuerdo al caso.

6.8 Curva de calibración

Proceder como se describe en 6.1.1 usando 0,5 – 1 – 1,5 y 2 ml de la solución estándar de arsénico (4.9.2) correspondiente a 5 – 10 – 15 – y 20 μg de arsénico, y plotear un gráfico teniendo, por ejemplo. La masa en microgramos de arsénico como abscisa y los valores correspondientes de absorbancia como ordenadas

NOTA La curva de calibración puede ser realizada en equipos de tecnología moderna con software para el procesamiento de la información por computación.

7 Expresión de los resultados

7.1 Método de cálculo y fórmula

7.1.1 Productos líquidos

El contenido de arsénico, expresado en miligramos por litro de producto como recepcionado, es igual a:

$$\frac{m_1}{V}$$

donde

m_1 es la masa de arsénico, expresado en microgramos, obtenida desde el gráfico de calibración y correspondiente a la absorbancia medida en 6.7.3;

V es el volumen, en mililitros, de la solución tomada para la determinación 6.7.2.

7.1.2 Productos pastosos, sólidos o deshidratados

El contenido de arsénico, expresado en miligramos por kilogramo de producto como recepcionado, es igual a

$$\frac{m_1 \times 50}{V \times m_0}$$

donde

m_0 es la masa, en gramos, de la porción de ensayo (6.3.2);

m_1 es la masa de arsénico, expresada en microgramos, obtenida desde el gráfico de calibración y correspondiente a la absorbancia medida en 6.7.3;

V es el volumen, en mililitros, de la solución tomado para la determinación en 6.7.2.

Si se desea expresar el contenido de arsénico en relación al producto seco, tomar este hecho dentro de la cantidad en el cálculo.

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

7.2 Repetibilidad

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

8 Informe de ensayo

El informe de ensayo deberá mostrar el método usado y el resultado obtenido. También deberá mencionar el método de expresión usado y cualquier condición (es) de operación no especificadas en esta Norma Cubana, o considerada como opcional, así como cualesquiera (as) circunstancia (as) puedan haber influenciado los resultados.

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

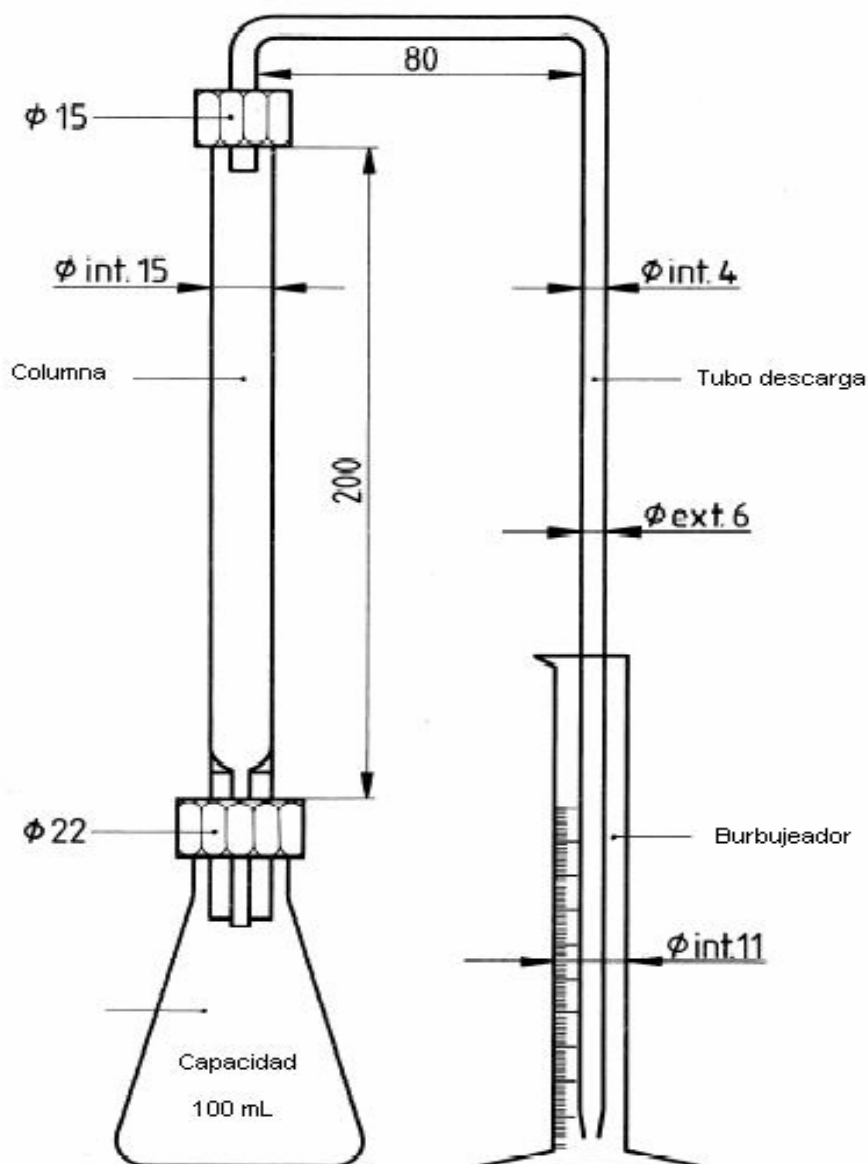


Figura 1 — Ejemplo de aparatos para la determinación de arsénico (5.6)