

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
1334-78**

**ALIMENTOS.
DETERMINACION DE COBRE POR
ESPECTROFOTOMETRIA DE
ABSORCION ATOMICA.**



T R A M I T E

COMITE: CT10 ALIMENTOS
PRESIDENTE: Dr. Alvaro Llopis
SECRETARIO: Ing. Milagros Díaz

SUBCOMITE 2: ADITIVOS Y CONTAMINANTES
COORDINADORES: Lic. Luis Gómez Brito
Lic. Marisela Seijas
Ing. Gladys Olivares

P A R T I C I P A N T E S

E N T I D A D

R E P R E S E N T A N T E

INSTITUTO VENEZOLANO DE LOS
SEGUROS SOCIALES

Berenice Chandler de Garcia

FUNDACION CENTRO DE INVESTIGACIONES DEL
ESTADO PARA LA PROMOCION EXPERIMENTAL
AGROINDUSTRIAL (CIEPE)

Leonor Robles

CENTRO DE INVESTIGACIONES FARMACEUTICAS
Y ALIMENTARIAS (CEIFA)

Rosario de Leal

U.C.V. FACULTAD DE FARMACIA
ESPECIALIDADES ALIMENTICIAS, C.A. (ESPALSA)

Fernando Asuaje
Rosmarie de Böer
Elvira Bukowski
Pilar D'Alesio
María E. Ortiz

INSTITUTO UNIVERSITARIO DE TECNOLOGIA (I.U.T).
UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR

Carlos Gil
Carlos Pérez
D. Brito

U.C.V. FACULTAD DE AGRONOMIA

José Cegarra

U.C.V. FACULTAD DE CIENCIAS VETERINARIAS

José T. Perdomo
Naín Márquez

ALIMENTOS KRAFT, C.A.

Isabel Moreno

MINISTERIO DE SANIDAD Y ASISTENCIA
SOCIAL

INSTITUTO NACIONAL DE NUTRICION

PURINA DE VENEZUELA, C.A.

CONSEJO NACIONAL DE INVESTIGACIONES
CIENTIFICAS Y TECNOLOGICAS (CONICIT)

VENEZOLANA DE ALIMENTOS, C.A.

ASOCIACION NACIONAL DE INDUSTRIALES DEL
CAFE (ANICAF).

ASOCIACION VENEZOLANA DE LAS INDUSTRIAS
DE SALSA, CONDIMENTOS Y SIMILARES
(ASISACO)

DISCUSION PUBLICA:

FECHA DE ENVIO: 31-03-78

DURACION: 60 DIAS

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 31-10-78

FECHA DE APROBACION POR COVENIN: 12-12-78

Manuel Cols Páez
Ofelia Herrera

Fritz Wagner
Ma Cristina Mondragón

Alvaro Coronel

Trina Michelangeli

José Félix Cháváz

José Echegaray

Ingrid Esáa

NORMA VENEZOLANA
ALIMENTOS
DETERMINACION DE COBRE POR
ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

COVENIN
1334-78

1 ALCANCE

Esta Norma contempla el método de ensayo para la determinación de cobre en alimentos, agua y bebidas, a niveles mayores de 0,05 ppm, por espectrofotometría de absorción atómica.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta Norma es completa.

3 PRINCIPIO DEL ENSAYO

El método se basa en la valoración del cobre presente en la muestra por espectrofotometría de absorción atómica, previa destrucción de la materia orgánica, disolviendo la ceniza en medio ácido y aspirando, bien sea directamente de la solución ácida o por vía de extracción del cobre con xileno, del complejo formado por dietilamoniodietilditiocarbamato de cobre.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

4.1.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con:

4.1.1.1 Lámpara catódica de cobre.

4.1.1.2 Longitud de onda : 324,8 nm o adecuada al equipo.

4.1.1.3 Llama: Aire- acetileno.

4.1.2 Balanza analítica, con una precisión de 0,1 mg.

4.1.3 Estufa

4.1.4 Mufla

4.1.5 Baño de maría

4.2 MATERIAL AUXILIAR

4.2.1 Vasos de precipitado

4.2.2 Matraces aforados, de 100, 500 y 1000 ml.

4.2.3 Pipetas Volumétricas ó buretas

4.2.4 Cilindros graduados

4.2.5 Frascos de Polietileno

4.2.6 Cápsulas de porcelana o platino

4.3 REACTIVOS

4.3.1 Solución de ácido clorhídrico, 2 N.

4.3.2 Dietilamoniodietilditiocarbamato, (DDDC) para análisis.

4.3.3 Xileno, para análisis.

4.3.4 Cobre, para análisis

4.3.5 Solución de ácido nítrico, al 65% (d = 1,40 g/ml).

4.3.6 Solución de ácido nítrico, (1 + 1).

4.3.7 Solución patrón de cobre (1 mg/ml).

Se disuelve 1'g de cobre en un mínimo de ácido nítrico al 65% y se diluye hasta 1000 ml con agua destilada a 20°C. Esta solución contiene 1000 ppm de cobre.

4.3.7.1 Solución intermedia (20 µg/ml).

Se miden con una pipeta 10 ml de la solución patrón (4.3.7) en un matraz aforado de 500 ml y se diluye a volumen con agua destilada a 20°C. Esta solución contiene 20 ppm de cobre.

4.3.7.2 Soluciones de trabajo

Se miden 0,0; 5,0; 10,0; 15,0 y 25,0 ml de la solución intermedia. (4.3.7.1) y se colocan en matraces de 100 ml. Se añaden 0,5 ml de

HNO₃ (4.3.5), a cada matraz y se lleva a volumen con agua destilada a 20°C. Estas soluciones contienen 0;1;2; 3 y 5 ppm de cobre respectivamente.

4.3.7.2.1 Se transfieren todas las soluciones de trabajo (4.3.7.2) tan pronto como sea posible a 5 frascos de polietileno que hayan sido previamente sumergidos en ácido nítrico (1 + 1) durante 12 horas, lavados con agua destilada y secados.

5 MATERIAL A ENSAYAR

El material a ensayar consiste en una muestra representativa de alimento, agua o bebida de la cual se toma una muestra de ensayo de 30 a 50 ml.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 PREPARACION DE LA MUESTRA

6.1.1 Productos que no requieren su reducción a cenizas.

6.1.1.1 Se aspiran directamente el agua y las bebidas.

6.1.1.2 La determinación del cobre dependerá de su concentración en la muestra, pudiéndose realizar de acuerdo a 6.2.1 o 6.2.2.

6.1.2 Productos que requieren su reducción a cenizas

6.1.2.1 En la cápsula (4.2.6) previamente incinerada, se pesa una cantidad de muestra adecuada, de acuerdo con el tipo de alimento.

6.1.2.2 Se seca en estufa a una temperatura entre 100 y 110°C hasta la eliminación completa de la humedad en la muestra.

6.1.2.3 Se agregan unas gotas de aceite de oliva o ajonjolí, se calienta cuidadosamente en el mechero con la llama muy suave al comienzo y luego con la llama más fuerte y el crisol inclinado, hasta que la muestra se carbonice completamente. Se tapa el crisol, se coloca

en la mufla a 525°C y se incinera, hasta que se obtenga un residuo (cenizas) blanco, gris pálido o amarillento.

6.1.2.4 Se dejan enfriar y se humedecen las cenizas con una pequeña cantidad de agua destilada.

6.1.2.5 Se añaden 5 ml de HCl 2 N y se hierve en baño de maría hasta que las cenizas estén totalmente disueltas.

6.1.2.6 Se transfieren cuantitativamente a un matraz aforado de 50 ml.

6.2 DETERMINACION

6.2.1 Productos con más de 2 ppm de cobre.

6.2.1.1 Se lleva a volumen la solución del punto 6.1.2.6 con agua destilada a 20°C.

6.2.1.2 Si es necesario se preparan diluciones hasta lograr concentraciones dentro del margen de la sensibilidad del equipo.

6.2.1.3 Se calibra el instrumento en condiciones óptimas de trabajo para el elemento cobre.

6.2.1.4 Se aspira la solución de la muestra y se determina la absorción.

6.2.2 Productos con menos de 2 ppm de cobre.

6.2.2.1 Se diluye la solución (6.1.2.6) hasta 30 ml con agua destilada a 20°C.

6.2.2.2 Se añaden 5 ml de DDC 1% en xileno. Se tapa el matraz y se agita vigorosamente durante 1 minuto. Luego se deja que las fases se separen.

6.2.2.3 Se añade agua destilada al matraz para llevar la fase orgánica al cuello de éste.

6.2.2.4 Se calibra el instrumento en condiciones óptimas de trabajo para el elemento cobre.

6.2.2.5 Se aspira la fase orgánica y se determina la absorción.

6.3 CURVA PATRON

6.3.1 Para productos con mas de 2 ppm de cobre.

6.3.1.1 Se aspiran en el espectrofotómetro las soluciones de trabajo (4.3.7.2) que contienen 0,0; 1,0; 2,0; 3,0 y 5,0 ppm de cobre respectivamente.

6.3.1.2 A los valores de absorción obtenidos se le resta el valor obtenido para el blanco de reactivos y luego se elabora una curva patrón (absorbancia contra concentración).

6.3.2 Para productos con menos de 2 ppm de cobre.

6.3.2.1 A partir de la solución de trabajo (4.3.7.2) de 5 ppm de cobre, se colocan en una serie de matraces de 50 ml, 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; y 2,0 ml que corresponden a 0,0; 0,08; 0,16; 0,25 y 0,33 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de cobre respectivamente.

6.3.2.2 Se añaden 5 ml de HCl 2 N a cada matraz y se diluye hasta 30 ml con agua destilada a 20°C.

6.3.2.3 Se añaden 5 ml de DDDC 1% en xileno. Se tapa el matraz y se agita vigorosamente durante 1 minuto. Luego se deja que las fases se separen.

6.3.2.4 Se añade agua destilada a cada matraz para llevar la fase orgánica al cuello del mismo.

6.3.2.5 Luego se aspira y se lee la absorción de la fase orgánica. Con los valores de absorción obtenidos se elabora una curva patrón de absorbancia contra concentración.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 Para soluciones acuosas se obtiene la concentración de cobre en partes por millón, de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$\text{ppm de cobre} = \frac{gc \times F}{p}$$

$$F = \frac{V_1 \times V_n}{a}$$

Siendo:

gc = Concentración de cobre presente en la muestra, determinada mediante la curva patrón en $\mu\text{g/ml}$.

F = Factor de dilución.

V_1 = Volumen de la 1ra. dilución, 50 ml.

V_n = Volumen final, en mililitros.

P = Peso de la muestra, en gramos.

a = Alícuotas llevados a V_n , en mililitros.

7.2 Para muestras disueltas en xileno se obtiene la concentración de cobre en ppm de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$\text{ppm de cobre} = \frac{gc \times V}{p}$$

Siendo:

V = Volumen, en mililitros.

7.3 Se expresan los resultados en mg/Kg.

A P E N D I C E

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Perkin Elmer, 1968-1971. Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry.
- 2.- Curtis, K.E. 1969. Analyst 94, pp 1086.

COVENIN
1334-78

CATEGORIA
C

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12
CARACAS

publicación de:



CDU:641:543.42:546.56

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.
