

**NORMA  
VENEZOLANA**

---

**COVENIN  
1336-78**

**ALIMENTOS.  
DETERMINACION DE CADMIO.**



TRAMITE

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

PARTICIPANTES

<u>ENTIDAD</u>	<u>REPRESENTANTE</u>
INSTITUTO VENEZOLANO DE LOS SEGUROS SOCIALES	Berenice Chandler de Garcí
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, S.A. (ESPALSA)	Fernando Asuaje Rosmarie de Böer Elvira Bukowski
INSTITUTO UNIVERSITARIO DE TECNOLOGIA (I.U.T).	Carlos José Gil
UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR	Carlos Pérez O. Brito
U.C.V. FACULTAD DE AGRONOMIA	José Cegarra
U.C.V. FACULTAD DE CIENCIAS VETERINARIAS	José T. Perdomo Naín Márquez
ALIMENTOS KRAFT	Isabel Moreno

MINISTERIO DE SANIDAD Y  
ASISTENCIA SOCIAL

Manuel Cols Páez

INSTITUTO NACIONAL DE NUTRICION

Fritz Wagner

PURINA DE VENEZUELA, C.A.

Alvaro Coronel

CONSEJO NACIONAL DE INVESTIGACIONES  
CIENTIFICAS Y TECNOLOGICAS (CONICIT)

Trina Michelangeli

VENEZOLANA DE ALIMENTOS, C.A.

José Félix Chávez

ASOCIACION NACIONAL DE INDUSTRIALES DEL

José Echegaray

CAFE (ANICAF)

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

Ingrid Esaá

DISCUSION PUBLICA:

FECHA DE ENVIO: 31-11-77

DURACION: 60 DIAS

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

FECHA DE APROBACION POR COVENIN: 12-12-78

NORMA VENEZOLANA  
ALIMENTOS  
DETERMINACION DE CADMIO

COVENIN  
1336-78

1 ALCANCE

Esta Norma contempla el método de ensayo para la determinación de cadmio en alimentos, por espectrofotometría de absorción atómica.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta Norma es completa.

3 RESUMEN DEL ENSAYO

El método se basa en la destrucción de la materia orgánica por vía húmeda, y la formación y extracción de un complejo cadmio-dietilamonioldietilditiocarbamato (DDDC) en xileno, determinándose posteriormente el cadmio en el solvente orgánico por espectrofotometría de absorción atómica.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

4.1.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con:

4.1.1.1 Lámpara catódica de cadmio.

4.1.1.2 Longitud de onda: 228,8nm o la óptima para el equipo.

4.1.1.3 Llama: aire-acetileno.

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

4.2 MATERIAL AUXILIAR

4.2.1 Pipetas, de doble aforo de 1; 2; 3 y 5 ml.

4.2.2 Frascos de Polietileno, de 100, 250 y 1000 ml.

4.2.3 Cilindros graduados, de 50 y 100 ml.

4.2.4 Vasos de precipitado, de 400 ml

4.2.5 Mechero.

4.2.6 Matraces aforados, de 50 y 100 ml

NOTA: El material de vidrio a utilizar debe ser de borosilicato.

#### 4.3 REACTIVOS

Todos los reactivos que se indican a continuación deben ser de grado analítico y el agua a menos que se especifique lo contrario, debe ser destilada.

4.3.1 Cadmio o cloruro de cadmio.

4.3.2 Dietilamoniodietilditiocarbamato, (DDDC).

4.3.3 Xileno.

4.3.4 Solución de DDDC, en xileno al 1%.

4.3.5 Peróxido de hidrógeno, al 30%.

4.3.6 Solución al 1% de ácido ascórbico.

4.3.7 Acido sulfúrico, 95 a 97% ( $d = 1,84$  g/ml).

4.3.8 Solución de ácido sulfúrico, ( $H_2SO_4$ ) 6 N.

4.3.9 Solución de ácido clorhídrico, (HCL) al 1%.

4.3.10 Acido nítrico, ( $HNO_3$ ) ( $d = 1,42$  g/ml).

4.3.11 Dicromato de potasio, ( $K_2Cr_2O_7$ ).

4.3.12 Mezcla sulfocrómica.

Se disuelven 110 g de dicromato de potasio en 500 ml de agua destilada con ayuda de calor. Una vez colocado en un baño refrigerado se agregan lentamente y con agitación 250 ml de ácido sulfúrico concentrado.

4.3.13 Solución patrón de cadmio, (1 mg/ml). Se puede preparar a partir de cadmio puro o cloruro de cadmio (4.3.1).

4.3.13.1 A partir de cadmio puro. Se pesa exactamente 1g de cadmio se transfiere a un matraz aforado de 1000 ml, se agrega 5 ml de solución de ácido clorhídrico (1+1) y se lleva a volumen a 20°C.

4.3.13.2 A partir de cloruro de cadmio. Se pesan 1,632 g de cloruro de cadmio anhidro desecado a 105°C y se disuelven en 500 ml aproximado de agua bidestilada, conteniendo 10 ml de ácido clorhídrico de punto de ebullición constante y se completa el volumen a 1 litro a 20°C.

4.3.14 Solución intermedia de cadmio (50 µg/ml).

En un matraz aforado de 100 ml, se diluyen 5 ml de la solución patrón con una cantidad suficiente de solución de ácido clorhídrico al 1% hasta el aforo.

4.3.15 Solución de trabajo (2 µg/ml).

En un matraz aforado de 250 ml, se diluyen 10 ml de la solución intermedia con una cantidad suficiente de ácido clorhídrico al 1% hasta el aforo.

NOTA 1) Las soluciones 4.3.13.1, 4.3.13.2, 4.3.14 y 4.3.15 deben ser guardadas en frascos de polietileno.

2) Las soluciones 4.3.14 y 4.3.15 pueden prepararse a partir de patrones comerciales.

5 MATERIAL A ENSAYAR

El material a ensayar consiste en una muestra representativa del alimento de la cual se obtiene una muestra para ensayo de 5 a 10 g.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 LAVADO DEL MATERIAL DE VIDRIO Y MATERIAL AUXILIAR

6.1.1 Inmediatamente antes y después de ser utilizado se lava el material con una solución de detergente y luego con agua caliente.

6.1.2 Se repite el lavado con mezcla sulfocrómica dejando en cada útil aproximadamente de 1 a 2 ml de esta mezcla para renovar las últimas trazas de grasa, luego se lava con agua caliente.

6.1.3 Finalmente, se lava con una solución de ácido nítrico (1 +1) y agua corriente terminando con agua destilada y bidestilada.

6.1.4 Para desecar se coloca en una estufa a 105°C.

## 6.2 PREPARACION DE LA MUESTRA.

6.2.1 Se pesa la muestra y se coloca en un vaso de precipitado de 400 ml.

NOTA: En caso de productos secos o en polvo se agrega aproximadamente 5 ml de agua bidestilada.

6.2.2 Se agregan 10 ml de ácido sulfúrico concentrado y 1 ml de peróxido de hidrógeno al 30%. Una vez que cese la reacción, se calienta suavemente evitando la formación de espuma, finalmente se hierve. Cuando la reacción disminuye, si aún existe carbonización, se agregan unas gotas de peróxido de hidrógeno al 30%. Se continúa calentando hasta que la reacción cese.

NOTA: No es necesario que la solución final sea incolora. Los productos con grasa necesitan ser tratados más tiempo y calentados más vigorosamente para eliminar la materia grasa volátil.

6.2.3 Se enfría a temperatura ambiente, se agrega 50 ml de agua bidestilada y se transfiere cuantitativamente a un matraz aforado de 100 ml, usando para ello ácido sulfúrico 6 N (4.3.8). El volumen final debe ser de 70 ml. Se deja enfriar.

NOTA: Si la muestra tiene un contenido de hierro mayor de 0,1% se deberá agregar en este punto 5 ml de ácido ascórbico al 1%.

6.2.4 Se adiciona 5 ml de solución DDDC (4.3.2). Se tapa el matraz y se agita vigorosamente por 60 segundos. Se deja que las 2 fases se separen.

6.2.5 Paralelamente se prepara un blanco de reactivos y se sigue el mismo procedimiento que para la muestra.

### 6.3 DETERMINACION

6.3.1 Se calibra el espectrofotómetro en condiciones óptimas de trabajo para el elemento cadmio.

6.3.2 Se ajusta el cero del instrumento con xileno saturado con agua bidestilada.

6.3.3 Se aspira la fase orgánica de la muestra y se determina la absorción.

NOTA: Si se determinan varias muestras, se aspira xileno entre una y otra. Se verifica la sensibilidad del equipo, con los patrones cuando se considere necesario.

### 6.4 CURVA PATRON

6.4.1 Se preparan soluciones patrón colocando en cada uno de varios vasos de precipitado de 400 ml, 0,0; 1,0; 2,0 y 5,0 ml de solución de trabajo (4.3.15), que corresponden a 0; 2; 4; 6 y 10  $\mu\text{g}$  de cadmio respectivamente.

6.4.2 Se continúa con el procedimiento que se indica en 6.2.2 hasta 6.2.4.

6.4.3 A los valores de absorción obtenidos para las soluciones patrón extraídas, se resta el valor obtenido para el blanco de reactivos y luego se elabora una curva patrón (absorbancia contra concentración).

6.4.4 Se determina la concentración de cadmio en la muestra directamente a partir de la curva.



## 7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 El contenido de cadmio en la muestra se calcula mediante la siguiente expresión:

$$\text{ppm de Cd} = \frac{G}{P_i} \times f$$

Siendo:

G = g de cadmio presentes, determinados a partir de la curva patrón.

P<sub>i</sub> = Peso de la muestra inicial, en gramos.

f = Factor de dilución.

## 8 RELACION CON OTRAS NORMAS

Se consultó la Bibliografía señalada en el apéndice.

## APENDICE

### BIBLIOGRAFIA:

ROSCHNIK, R.K. 1973. Analyst, 98,596-604

PERKIN ELMER. 1976. Analytical Methods for Atomic Absorption Spectroscopy. Foods Products-15.

LOWRIE M. BEACHAM. 1974. "Alcance y amplitud del trabajo que tiene por objeto establecer normas internacionales para los contaminantes y polucionantes de los alimentos". ALINORM 76/29. Programa conjunto FAO/OMS sobre Normas Alimentarias. Comisión del Codex Alimentarius, 11º período de sesiones. 1976.

**COVENIN**  
1336-78

**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 : 546.48  
543.42

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

---