
Norma Venezolana COVENIN



1409-79

Alimentos. Determinación de hierro por absorción atómica.

CDU 641:543.422: 546.72

QUALQUIER TRADUCCION O REPRODUCCION PARCIAL O TOTAL DE LA PRESENTE NORMA DEBE SER AUTORIZADA POR EL MINISTERIO DE FOMENTO

CDU

641:543.422:546.72

COVENIN

1409-79

NORMA VENEZOLANA
ALIMENTOS
DETERMINACION DE HIERRO
POR ABSORCION ATOMICA

TRAMITE

COMITE: CT10 ALIMENTOS

PRESIDENTE: Dr. Alvaro Llopis.

SECRETARIO: Ing. Milagros Díaz.

SUBCOMITE 2: ADITIVOS Y CONTAMINANTES

COORDINADORES: Ing. Gladys Olivares.

Lic. Omaira Guaita.

PARTICIPANTES

ENTIDAD

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

MINISTERIO DE SANIDAD Y ASISTENCIA SOCIAL

CAMARA VENEZOLANA DE LA INDUSTRIA
DE ALIMENTOS (CAVIDEA)

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE FARMACIA
FACULTAD DE AGRONOMIA

ESPECIALIDADES ALIMENTICIAS S.A. (ESPALSA)

INSTITUTO UNIVERSITARIO DE TECNOLOGIA (I.U.T.)

COLEGIO UNIVERSITARIO DE CARUPANO

CENTRO DE INVESTIGACIONES FARMACEUTICAS
Y ALIMENTARIAS (CEIFA)

INSTITUTO VENEZOLANO DE LOS SEGUROS SOCIALES
DIVISION DE MEDICINA DEL TRABAJO (I.V.S.S.)

MINISTERIO DE AGRICULTURA Y CRIA

PROAGRO C.A.

CENTRAL EL PALMAR

ASOCIACION DE INDUSTRIALES DE LECHE EN POLVO

REPRESENTANTES

Leonor Robles.

Ofelia Herrera.

Isabel Moreno.

Ingrid Esaá.

Fernando Asuaje.

José Cegarra.

Pilar D' Alessio.

Alfredo Meyer.

Carlos José Gil.

José Viña.

Rosario de Leal.

Berenice Chandler de García

Mario Rojas.

Reinaldo Lagonell.

Antonio Requena.

Claudio Gonzalez.

ENTIDAD

UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR
PURINA DE VENEZUELA C.A.
PROTINAL C.A. VALENCIA
INDUSTRIA LACTEA VENEZOLANA C.A.
TECNI - ALIMENTOS
VENEZOLANA DE ALIMENTOS C.A.

TRAMITE

REPRESENTANTES

Odoardo Brito.
Alfredo De Andrea.
Neptalí Boyer.
Mercedes de Marún.
Orlando Guédez.
José Félix Chávez.

DISCUSION PUBLICA:

FECHA DE ENVIO: 15-11-78

DURACION: 60 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 16-05-79

FECHA DE APROBACION POR COVENIN: 14-08-79

PARTICIPANTES

ENTIDAD

Orlando Guédez
José Félix Chávez
Mercedes de Marún
Neptalí Boyer
Alfredo De Andrea
Odoardo Brito

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE FARMACIA
FACULTAD DE AGRONOMIA
INSTITUTO VENEZOLANO DE LOS SEGUROS SOCIALES
DIVISION DE MEDICINA DEL TRABAJO (I.V.S.S.)
MINISTERIO DE AGRICULTURA Y CRTA
PRODRON S.A.
CENTRAL EL PALMAR
ASOCIACION DE INDUSTRIALES DE LECHE EN PULVO

NORMA VENEZOLANA
ALIMENTOS
DETERMINACION DE HIERRO
POR ABSORCION ATOMICA

COVENIN
1409-79

1 ALCANCE

Esta norma contempla el método de ensayo para la determinación de hierro 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 determinación de hierro presente en la muestra por espectrofotometría de absorción atómica, previa destrucción de la materia orgánica, disolviendo la ceniza en medio ácido y aspirando la solución.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

4.1.1 Espectrofotómetro de Absorción Atómica con:

4.1.1.1 Lámpara catódica de hierro.

4.1.1.2 Longitud de onda: 248,3 nm o la óptima para el equipo.

4.1.1.3 Llama pobre Aire-acetileno.

4.1.2 Balanza Analítica, con precisión 0,001 g.

4.1.3 Baño de maría.

4.1.4 Estufa.

4.1.5 Mufla.

4.2 MATERIAL AUXILIAR

4.2.1 Matraces Aforados, de 50, 100 y 500 ml.

4.2.2 Vasos de Precipitado

4.2.3 Pipetas Volumétricas o buretas

4.2.4 Cilindros graduados

4.2.5 Agitadores de vidrio

4.2.6 Frascos de polietileno

4.2.7 Crisoles de porcelana o platino

4.2.8 Mechero Bunsen

4.3 REACTIVOS

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

4.3.2 Acido Sulfúrico, (H_2SO_4) 95 a 97% ($d = 1,84$ g/ml).

4.3.3 Acido Nítrico, (HNO_3) conc.

4.3.4 Acido Clorhídrico, (HCl) mínimo 37% ($d = 1,19$ g/ml)

4.3.4.1 Solución de ácido clorhídrico, 2 M

Se diluyen 80 ml de HCl (4.3.4) hasta 500 ml con agua bidestilada.

4.3.5 Sulfato Ferroso Heptahidratado, ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)

4.3.6 Solución patrón de hierro, (1000 μ g/ml)

Se pesa exactamente 4,978 g de sulfato ferroso, se disuelve en agua bidestilada, se añade 5 ml de H_2SO_4 y se diluye hasta 1000 ml con agua bidestilada.

4.3.6.1 Solución intermedia (50 μ g/ml)

Se mide con una pipeta 25 ml de la solución patrón (4.3.6) en un matraz aforado de 500 ml y se diluye a volumen con agua bidestilada.

4.3.6.2 Soluciones de trabajo

Se transfieren con una pipeta 2, 4, 10, 20, y 30 ml de la solución intermedia a matraces aforados de 100 ml. Se añade 0,5 ml de H_2SO_4 a cada matraz y se diluye a volumen con agua bidestilada. Estas soluciones contienen 1, 2, 5, 10 y 15 $\mu g/ml$ de hierro, respectivamente.

4.3.6.3 Se transfieren todas las soluciones de trabajo (4.3.6.2) tan pronto como sea posible a frascos de polietileno, que hayan sido sumergidos en ácido nítrico durante toda la noche, enjuagados con agua destilada y dejados secar.

5 MATERIAL A ENSAYAR

5.1 El material a ensayar consiste en una muestra representativa del alimento de la cual se toma una muestra de ensayo que contenga aproximadamente entre 2 y 10 $\mu g/ml$ de hierro.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 PREPARACION DE LA MUESTRA.

6.1.1 Productos que no requieren su reducción a ceniza.

6.1.1.1 Ciertos productos no requieren su reducción a cenizas (algunas bebidas, aguas y productos que dan una solución clara o suspensiones con agua, menos azúcar ó grasa), las cuales se aspiran directamente, siguiendo el procedimiento del punto 6.2.

6.1.2 Productos que requieren su reducción a cenizas.

6.1.2.1 En una cápsula previamente incinerada y tarada, se pesa la muestra del alimento.

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

6.1.2.3 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 solución de HCl (2M) y se hierve en baño-maria hasta que las cenizas estén totalmente disueltas.

6.1.2.6 Se transfieren cuantitativamente a un matraz aforado de 50 ml, se enfría a 20°C y se hacen diluciones con agua bidestilada hasta lograr concentraciones dentro del margen de la sensibilidad del equipo.

NOTAS:

Ciertos productos, especialmente aquellos con hierro añadido, dan una ceniza que contiene óxido de hierro. Los resultados correctos serán obtenidos agitando bien la solución antes de pipetear y antes de la aspiración.

6.1.2.7 Para productos que ya se encuentran reducidos a cenizas, se pesan exactamente 0,25 g y se procede a partir de 6.1.2.4.

6.2 DETERMINACION

6.2.1 Se calibra el instrumento en condiciones óptimas de trabajo para el elemento hierro.

6.2.2 Se aspira la solución de la muestra con agua bidestilada entre cada lectura hasta obtener un cero estable y se determina la absorción.

6.3 PREPARACION DE LA CURVA PATRON

6.3.1 Se aspiran las soluciones de trabajo que contienen 1,2,5, 10 y 15 μ g/ml de hierro como en el punto 6.2 y se determinan sus absorbancias.

6.3.2 Se elabora una gráfica de absorbancia contra concentración.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 El contenido de hierro en la muestra, se determina según la siguiente expresión:

$$C = \frac{G_c \times D \times 100}{P \times 1000} \mu\text{g/ml}$$

$$D = \frac{V_1 \times V_n}{A}$$

Donde:

C = miligramos de hierro/100 g de muestra.

G_c = microgramos de hierro/ml, en la muestra, determinados mediante la curva.

D = factor de dilución.

V₁ = Volumen de la primera dilución de la muestra, en mililitros.

P = Peso de la muestra, en gramos.

V_n = Volumen final, en mililitros.

A = Alícuota, en mililitros.

7.2 Si la determinación fué realizada sobre un peso conocido de ceniza, el contenido de hierro en la cenizas se determina según la siguiente expresión:

$$C = \frac{G_c \times D \times 100}{P_c \times 1000} \text{ g/ml}$$

$$D = \frac{V_1 \times V_n}{A}$$

Donde:

Pc = Peso de las cenizas, en gramos.

7.3 Los resultados deben expresarse con tres (3) cifras significativas.

8 PRECISION

8.1 Los resultados de dos determinaciones realizadas en paralelo por el mismo analista, no deben diferir por más de 1 $\mu\text{g/ml}$ en el margen de 3 a 30 $\mu\text{g/ml}$ de hierro y de 2 a 3 % de su valor promedio en el margen de más de 30 $\mu\text{g/ml}$ de hierro.

9.1 BIBLIOGRAFIA.

Perkin Elmer 1.971. Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry Food Products F.P.I.

PRECISION

Los resultados de las determinaciones realizadas en paralelo por el mismo analista, no deben diferir por más de 1 $\mu\text{g/ml}$ en el margen de 2 a 30 $\mu\text{g/ml}$ de hierro y de 2 a 3% de su valor promedio en el margen de más de 30 $\mu\text{g/ml}$ de hierro.



COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES

MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andres Bello Edif. Torre Fondo Común Piso II

CARACAS

publicación de:



FONDONORMA

IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN