

NORMA VENEZOLANA

**COVENIN
1220:1999
(ISO 936:1998)**

CARNE Y PRODUCTOS CÁRNICOS. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO TOTAL DE CENIZAS

(2^{da} Revisión)



COVENIN
1220:1999
(ISO 936:1998)

NORMA
VENEZOLANA

PRÓLOGO

La presente norma es una adopción de la Norma ISO 936:1998 y sustituye a la Norma Venezolana COVENIN 1220-80 **Carne y Productos Cárnicos. Determinación del contenido total de cenizas**, fue considerada de acuerdo a las directrices del Comité Técnico de Normalización CT10 **Productos Alimenticios**, por el Subcomité Técnico SC5 **Productos Cárnicos**, y aprobada por FONDONORMA en la reunión del Consejo Superior N° 1999-12 de fecha 17/11/1999.

En la adopción de esta norma participaron las siguientes entidades: Ministerio de Sanidad y Asistencia Social; Instituto Nacional de Higiene; Instituto Nacional de Nutrición; Universidad Simón Bolívar; CIEPE; Danimex; Pillsburg de Venezuela; Hermo, S.A.; Industria Alimenticia Corralito; Jamones Curado Jacusa; Plumrose Latinoamericana, C.A.; Proagro, C.A.; Protein Technologies International; Schafer.



**NORMA VENEZOLANA
CARNE Y PRODUCTOS CÁRNICOS.
DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO
TOTAL DE CENIZAS**

**COVENIN
1220 :1999
(2^{da} Revisión)
(ISO 936:1998)**

1 OBJETO

Esta norma venezolana contempla el método de ensayo para la determinación del contenido total de cenizas en productos cárnicos.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta Norma es completa.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma venezolana COVENIN se aplica la siguiente definición:

3.1 Carne y productos cárnicos: Es el residuo obtenido después de incinerar a $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$, bajo las condiciones de operación especificado en esta norma, dividido entre la masa de la porción de ensayo.

NOTA 1: La masa de la fracción de ceniza es expresada en porcentaje

4 PRINCIPIO

El método se basa en secar, carbonizar e incinerar a $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ una porción de ensayo. Después de enfriar se determina la masa del residuo.

5 APARATOS Y MATERIALES

5.1 Molino de carne mecánico o eléctrico con cuchillas giratorias a alta velocidad o de placas perforadas con orificios no mayor a 4,0 mm de diámetro.

5.2 Cápsulas, fondo plano de porcelana, cuarzo o metal (por ejemplo: níquel, platino, acero inoxidable) o de otro material refractario para las condiciones del ensayo; diámetro no menor a 60 mm, paredes inclinadas y de altura no menor de 25 mm.

5.3 Horno incinerador eléctrico (Mufla eléctrica), con regulador de tiempo/temperatura que permita mantenerla a $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$.

5.4 Desecador, conteniendo un eficiente desecante.

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

5.6 Horno de secado, regulado de temperatura $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$. (Si la mufla no tiene regulador tiempo/temperatura)

5.7 Plato eléctrico o mechero a gas, (si la mufla no tiene controlador de tiempo/temperatura)

6 REACTIVOS

Todos los reactivos deben ser de grado analítico y el agua, a menos que se especifique lo contrario debe ser destilada o de pureza equivalente

6.1 Peróxido de hidrógeno al 30 %.

6.2 Agua destilada.

7 MUESTRA

Es importante que el laboratorio reciba una muestra original y representativa, no debe sufrir alteración o cambios durante el transporte o almacenamiento. El lugar de almacenamiento debe ser tal que evite deterioro, descomposición o cambios en la muestra.

El peso de la muestra para el laboratorio no debe ser menor a 500 g.

8 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Homogeneizar la muestra pasándola al menos dos veces por el molino de carne. Tome la precaución que la temperatura de la muestra no exceda a los 25°C.

Guarde la muestra preparada en un recipiente hermético, almacene apropiadamente para evitar deterioro o cambios en su composición.

Analice la muestra tan pronto como sea posible, pero siempre antes de las 24 horas después de su homogeneización.

9 PROCEDIMIENTO

NOTA 2: Si se requiere verificar los límites de repetibilidad, realice dos determinaciones independientes de la misma muestra.

9.1 Fracción del ensayo

Calentar la cápsula por 20 minutos en la mufla a una temperatura de $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$.

Enfriar la cápsula en el desecador hasta que se enfríe y pesar con apreciación de 0,1 mg. (M_0).

Transferir 1,5 a 2 gramos de muestra preparada a la cápsula. Extender la muestra dentro de la cápsula. Pesar nuevamente con apreciación de 0,1 mg. (M_1).

NOTA 3: Si es considerado por el analista, teniendo en cuenta la naturaleza de la muestra del laboratorio; se puede tomar 5 gramos de la muestra preparada para el análisis. Esto debe registrarse en el reporte de ensayo.

9.2 Determinación empleando una mufla con regulador de tiempo/temperatura

Colocar la cápsula, que contiene la muestra, en la mufla y realizar la incineración con aumentos graduales de temperatura. El lapso de tiempo debe ser entre 5 a 6 horas y el incremento debe ser hasta $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$. Continuar con el procedimiento a $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ hasta que la ceniza tenga una apariencia blanca-gris.

Retirar la cápsula de la mufla y transferir al desecador

PRECAUCIÓN: Evitar la pérdida de ceniza, cuando se transfiere la cápsula conteniendo la ceniza de la mufla al desecador y del desecador a la balanza analítica.

Inspección de la ceniza

Si la ceniza es un sólido negro o contiene partículas negras, trate la muestra con unas pocas gotas de peróxido de hidrógeno al 30% a agua destilada y repita el procedimiento de incineración.

Si la ceniza tiene una coloración blanca-gris, pesar la cápsula y su contenido en la balanza analítica (M_2). Proceda a realizar los cálculos

9.3 Determinación empleando una mufla sin regulador de tiempo/temperatura.

Colocar la cápsula, que contiene la muestra, en el horno de secado a 103°C por una (1) hora.

Retirar la cápsula del horno y colocarla en un plato de calentamiento eléctrico o en la llama de un mechero a gas.

Calentar progresivamente hasta carbonizar. Continuar cuidadosamente la carbonización hasta que cese la emanación de humo.

Transferir la cápsula a la mufla fría e inicie el ascenso de temperatura hasta los $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$.

Después de cuatro (4) horas transferir la cápsula y su contenido a un desecador. Dejar enfriar.

PRECAUCIÓN: Evitar la pérdida de ceniza, cuando se transfiere la cápsula conteniendo la ceniza de la mufla al desecador y del desecador a la balanza analítica.

Inspección de la ceniza

Si la ceniza es un sólido negro o contiene partículas negras, trate la muestra con unas pocas gotas de peróxido de hidrógeno al 30% a agua destilada y repita el procedimiento de incineración.

Si la ceniza tiene una coloración blanca-gris, pesar la cápsula y su contenido en la balanza analítica (M_2). Proceda a realizar los cálculos

10 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcule el contenido de cenizas de la muestra expresado como porcentaje peso sobre peso, con la fórmula:

$$W_a (\%) = \frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0} \times 100$$

Donde:

W_a Fracción de la masa de ceniza, como porcentaje de la muestra empleada.

M_0 Masa en gramos de la cápsula vacía.

M_1 Masa en gramos de la cápsula con la muestra de ensayo.

M_2 Masa en gramos de la cápsula con la ceniza.

Reporte el resultado redondeando a 0.01 %.

11 PRECISIÓN

11.1 Ensayo interlaboratorio

La precisión del método se estableció por un programa de pruebas interlaboratorio, según lo convenido en ISO 5725.

El resultado de la prueba de interlaboratorio (véase referencia 6). Estos valores derivan de los ensayos realizados, que no se aplican las matrices y rangos de concentraciones que las mencionadas.

11.2 Repetibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados de ensayos independientes, empleando el mismo método, idéntico material de ensayo, analizado por el mismo operador usando los mismos equipos y en un intervalo de tiempo corto, no debe ser mayor del 5 %, en caso de exceder el límite de repetibilidad, r , se pueda calcular utilizando la siguiente expresión:

$$r = 0,0990 + 0,00933 \times w$$

Donde:

r es el límite de repetibilidad, expresada en porcentaje.

w es el promedio de ambos resultados expresados en porcentaje.

rechace ambos resultados si la diferencia es mayor al valor calculado para r . Realice dos nuevas determinaciones individuales.

11.3 Reproducibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados de ensayos independientes, empleando el mismo método, idéntico material de ensayo en diferentes laboratorios con diferente operadores y equipos, no debe ser mayor del 5 %, en caso de exceder el valor del límite de reproducibilidad, R , se pueda calcular utilizando la siguiente expresión:

$$R = 0,138 + 0,0046 \times w$$

Donde:

R es el límite de reproducibilidad, expresada en porcentaje.

w es la media de ambos resultados, expresados en porcentaje.

12 INFORME

El informe debe contener lo siguiente:

12.1 Fecha de realización del ensayo.

12.2 Identificación completa de la muestra.

12.3 Resultado del análisis realizado, en caso de chequear la repetibilidad citar el resultado obtenido.

12.4 Método usado. Número y Título de la Norma Venezolana COVENIN consultada.

12.5 Nombre del analista.

12.6 Observaciones.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] ISO 3100-1:1991, Meat and meat product - Sampling and preparation of test samples - Part 1: Sampling
- [2] ISO 5725:1986, Precision of test methods - Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests.
- [3] ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 1: General principles and definitions.
- [4] ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.
- [5] Method No 23 (1991). Moisture and ash: Gravimetric in meat and meat products. Nordic committee on food analysis (NMFL), Espoo, Finland (in English and Scandinavian). (UDC 637.5)
- [6] Kolar, K. Gravimetric determination moisture and ash in meat and meat products: NMKL Interlaboratory study. J. AOAC, 75, 1992, pp. 1016-1022

Participaron en la primera revisión de esta norma: Afanador, María; Guaipo, Belkis; Certad, María; Del Valle, Lugo; Castro, Roger; Hernandez, Lirio, Ilaraza, Roxana, Miranda, Marianela; Perez, Efrain; Perdomo, María; Ovalles, Martha; Origuen, Mildred.

Participaron en la revisión de esta norma: Afanador, María Victoria; Ascanio, Norelis; Castro, Roger; Coronada, Mirla; León, Ana Mercedes; Lugo, del Valle; Miranda, Marianela; Molina, Mildred; Ovalles, Martha; Sabatino, Enrico; Sánchez, Aunie; Vivas, Elizabeth.

COVENIN
1220:1999
(ISO 936:1998)

CATEGORÍA
B

FONDONORMA

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12

Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12

CARACAS

publicación de:



I.C.S: 67.120.10

ISBN: 980-06-2415-5

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptor: Determinación ceniza, producto a base de carne