

NORMA VENEZOLANA

COVENIN
1223:2002

CARNE Y PRODUCTOS CÁRNICOS. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE SAL

(2^{da} Revisión)



COVENIN
1223:2002NORMA
VENEZOLANA

PRÓLOGO

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana COVENIN 1223:1980 **Carne y productos cárnicos. Determinación del contenido de sal**, fue revisada 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° 2002-08 de fecha 28/08/2002.

En la revisión de esta norma participaron las siguientes entidades: Ministerio de Sanidad y Desarrollo Social; Instituto Nacional de Higiene; Instituto Nacional de Nutrición; Universidad Simón Bolívar; CIEPE; General Mills de Venezuela, C.A.; Hermo, S.A.; Industria Alimenticia Corralito; Plumrose Latinoamericana, C.A.; Proagro-Protinal; Charvenca; AICAR.

Depósito Legal: If55520026642221
ISBN: 980-06-3038-4
ICS: 67.120.10



(2ª Revisión)

1 OBJETO

Esta norma venezolana contempla cuatro métodos de referencia para la determinación del contenido de sal (como cloruro de sodio) en carne y 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 Contenido de Cloruros

Es el contenido total de cloruros determinados de acuerdo a los procedimientos descritos en esta norma.

4 MÉTODOS DE ENSAYO

4.1 Método de Mohr

4.1.1 Principio del ensayo

Se basa en la valoración de halógenos a partir de una muestra soluble, utilizando como solución patrón al nitrato de plata (AgNO_3) y como indicador el cromato de potasio (K_2CrO_4). La utilización de cromato de potasio como indicador se basa en la capacidad del ion cromato de dar, unido al ion plata un precipitado anaranjado que en ciertas condiciones comienza a depositarse solo después que los iones cloruros que se producen sean prácticamente precipitados por completo como cloruros de plata, es decir, con el método de Mohr se produce una doble precipitación: el primero el AgCl (color blanco) y el segundo Ag_2CrO_4 (color rojo ladrillo), la aparición de este último nos indica el punto final de la titulación. Estas reacciones se deben efectuar en un medio neutro a alcalino (pH 7 – 10), por lo cual se agrega una pizca de bicarbonato de sodio (NaHCO_3), ya que de lo contrario los resultados se verán alterados porque el cromato de plata es soluble en ácidos y en su presencia no precipita y en un pH mayor de 10 se forma un precipitado de óxido de plata.

Reacciones producidas:

- Primera reacción:



- Segunda reacción:



4.1.2 Materiales y equipos

4.1.2.1 Molinillo

4.1.2.2 Matraz erlenmeyer de 250 ml

4.1.2.3 Bureta de 50 ml

4.1.2.4 Pipetas volumétricas

4.1.2.5 Matraces aforados 500 ml

4.1.2.6 Potenciómetro (medidor de pH)

4.1.2.7 Estufa regulada

4.1.2.8 Desecador

4.1.2.9 Balanza analítica

4.1.2.10 Agitador magnético

4.1.3 Reactivos

4.1.3.1 Solución patrón de nitrato de plata 0,1 N

4.1.3.2 Cloruro de sodio

4.1.3.3 Ácido acético glacial

4.1.3.4 Metanol

4.1.3.5 Eosin

4.1.3.6 Agua destilada

4.1.4 Preparación de la soluciones

4.1.4.1 Solución patrón de nitrato de plata 0,1 N:

Pesar 8,600 g. de AgNO_3 , llevar a la estufa por una hora a 100 °C. Sacar de la estufa y llevar al desecador para enfriar, luego pesar 8,5105 g. si la pureza es de 99,8% o 8,5361 g. si la pureza es de 99,5% y llevar a volumen en un balón aforado de 500 ml.

4.1.4.2 Solución de eosin: Pesar 50 mg de eosin en 10 ml de agua destilada.

4.1.4.3 Valoración del nitrato de plata:

Transferir 100 mg de NaCl grado analítico previamente desecado a 110°C por 2 horas en un vaso de precipitado de 250 ml, disolver en 5 ml de agua destilada, 5 ml de ácido acético glacial, 50 ml de metanol y 3 gotas de eosin (50 mg de eosin en 10 ml de agua destilada) y utilizar un agitador magnético y titular con nitrato de plata 0,1 N hasta la aparición de un color rosado – fucsia. Calcular la normalidad.

$$\text{Normalidad} = \frac{\text{Peso del cloruro de sodio (mg)}}{\text{Vol. gastado de } \text{AgNO}_3 \times \text{P. eq.}}$$

$$\text{P. eq} = 58,43$$

4.1.4.4 Cromato de potasio al 5% (K_2CrO_4): Pesar 5 g de cromato de potasio y llevar a 100 ml con agua destilada.

4.1.5 Determinación

4.1.5.1 Pesar entre 0,25 – 0,35 g de muestra previamente homogeneizada.

4.1.5.2 Añadir 100 ml de agua destilada.

4.1.5.3 Añadir una pizca de bicarbonato de sodio y verificar el pH (7-10).

4.1.5.4 Adicionar 1 ml de K_2CrO_4 al 5% p/v.

4.1.5.5 Titular con AgNO_3 (0,1 N) hasta el viraje a color rojo ladrillo.

4.1.5.6 Preparar un blanco reactivo utilizando agua destilada.

NOTA 1: Se titula hasta observar el primer cambio de color a rojo ladrillo.

4.1.6 Expresión de los resultados

$$\% \text{ NaCl} = \frac{(V_m - V_B) \times N \times 0,0585}{m} \times 100$$

Donde:

V_m = Volumen gastado de AgNO_3 en la titulación de la muestra

V_B = Volumen gastado de AgNO_3 en la titulación del blanco

N = Normalidad del AgNO_3 0,1 N obtenida de la valorización

0,0585 = miliequivalentes del NaCl.

m = Peso de la muestra en gramos (g)

4.1.7 Informe

El informe debe contener la siguiente información:

4.1.7.1 Fecha de realización del ensayo

4.1.7.2 Identificación completa de la muestra

4.1.7.3 Resultado del análisis realizado

4.1.7.4 Número y título de la norma COVENIN consultada

4.1.7.5 Nombre del analista

4.1.7.6 Observaciones

4.2 Método Potenciométrico (Método del punto final, EP)

4.2.1 Principio

El método se basa en medir la variación de voltaje que se registra al titular con nitrato de plata (AgNO_3) una muestra que contiene cloruro de sodio (NaCl), en estos casos se presenta un consumo del titulante a incrementos constantes de milivoltios, si se continúa la titulación llega un punto en el que el incremento del volumen es mínimo, para luego incrementarse en volúmenes semejantes a los iniciales. El punto donde el consumo del titulante disminuye considerablemente a incrementos constantes de voltaje es el punto de equivalencia de la titulación o punto final (EP por sus siglas en inglés). En este, el volumen desalojado permite determinar la concentración de cloruro de sodio presente en la muestra.

4.2.2 Materiales y equipos

4.2.2.1 Molinillo.

4.2.2.2 Titulador automático de punto final con unidad de cambio: Dosimat E535 Metrohm o equivalente.

4.2.2.3 Potenciómetro variable: Titrator E526 Metrohm o equivalente.

4.2.2.4 Electrodo combinado de plata: 6.0404.100 Metrohm o equivalente.

4.2.2.5 Vaso de precipitado 500 ml.

4.2.2.6 Vaso de precipitado 250 ml.

4.2.2.7 Vaso de precipitado 100 ml.

4.2.2.8 Pipeta aforada de 25 ml.

4.2.2.9 Matraz aforado 1L

- 4.2.2.10 Balanza analítica.
- 4.2.2.11 Agitador magnético.
- 4.2.2.12 Varilla para agitación.
- 4.2.3 Reactivos y soluciones

Todas las soluciones deben prepararse con agua destilada.

- 4.2.3.1 Cloruro de sodio para análisis (NaCl), previamente secado en la estufa a 105 ° C, durante 1 hora.
- 4.2.3.2 Solución estándar de cloruro de sodio 0.1N: Pesar exactamente 5.844 g de NaCl y diluir con agua a volumen de 1 L, en matraz aforado.
- 4.2.3.3 Nitrato de plata para análisis (AgNO₃).
- 4.2.3.4 Solución estándar de nitrato de plata 0.1N: Pesar exactamente 16.9873 g de AgNO₃ y diluir con agua a volumen de 1L, en matraz aforado.
- 4.2.3.5 Solución de ácido nítrico al 2%.
- 4.2.3.6 Sulfato de potasio aluminio o sulfato de amonio aluminio.
- 4.2.3.7 Hidróxido de amonio 25% (NH₃OH).
- 4.2.3.8 Suspensión de hidróxido de aluminio.
 - 4.2.3.8.1 Pesar en vaso de precipitado, 125g de sulfato potasio aluminio ó sulfato amonio aluminio, agregar 250 ml de agua, calentar a 60 °C en baño de agua y agregar 55 ml de hidróxido de amonio.
 - 4.2.3.8.2 Agitar suavemente y dejar reposar durante una hora.
 - 4.2.3.8.3 Decantar y lavar el precipitado con agua destilada. Repetir la operación y llevar a volumen de un 1 L con agua destilada en matraz aforado.
- 4.2.3.9 Peróxido de hidrógeno.
- 4.2.3.10 Estandarización de la solución de AgNO₃.

Este procedimiento debe aplicarse cada vez que se prepare nueva solución de AgNO₃, o cuando se cambie el electrodo de plata.

- 4.2.3.10.1 Recolección de datos para la construcción de la curva.
 - 4.2.3.10.1.1 Tomar con la pipeta aforada una alícuota de 25 ml de la solución estándar de NaCl, trasvasarla a un vaso de precipitado 500 ml, agregar 200 ml de agua destilada.
 - 4.2.3.10.1.2 Agregar 50 ml de solución de ácido nítrico, homogenizar esta solución con ayuda del agitador magnético. Durante toda la determinación la solución debe estar en agitación constante.
 - 4.2.3.10.1.3 Colocar el electrodo de plata dentro de esta solución. Evitar que gotas de la solución salgan del beaker.
 - 4.2.3.10.1.4 Colocar los milivoltios del potenciómetro variable en "0000" y presionar el botón del titulador automático para que se inicie la titulación.
 - 4.2.3.10.1.5 Incrementar los milivoltios en 5 en 5, hasta alcanzar un volumen no mayor de 40 ml AgNO₃
 - 4.2.3.10.1.6 Graficar los milivoltios (mV) contra ml de AgNO₃, el primer valor de la gráfica está dado por milivoltios "0000" y el primer volumen de AgNO₃ desalojado.
- 4.2.3.10.2 Determinación del punto de inflección

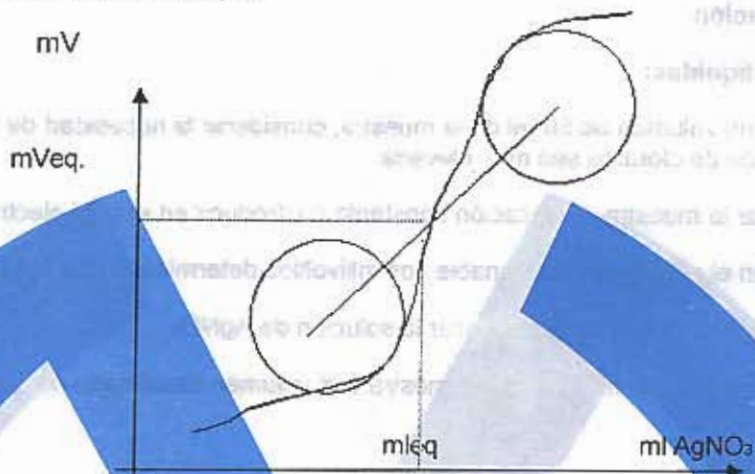
Una vez obtenida la gráfica mV vs ml AgNO₃ (ver figura), trazar dos circunferencias con igual radio, una en cada curva, de modo que toquen la mayor cantidad de puntos de cada una de estas, unir mediante una recta los

centros de las circunferencias. El punto de corte de la recta trazada con la curva es el punto de inflexión o punto final, el cual aporta la siguiente información:

mV. eq: Milivoltios equivalentes, este es el valor que debe fijarse en el equipo para hacer las futuras determinaciones con esta solución de AgNO_3 y con este electrodo.

ml. eq: Volumen de mililitro equivalente AgNO_3 necesarios para estandarizar 25 ml de NaCl

La grafica obtenida es semejante a la que sigue:



4.2.3.10.3 Estandarización de la solución de AgNO_3 :

4.2.3.10.3.1 Pesar por triplicado 0.1 g de NaCl , en vaso de precipitado, anotar este peso.

4.2.3.10.3.2 Agregar aproximadamente 60 ml de agua destilada.

4.2.3.10.3.3 Fijar en el equipo los milivoltios determinados en 4.2.3.10.2 introducir en la muestra el electrodo de plata, presionar el botón de la unidad de cambio para dispensar solución de AgNO_3 .

4.2.3.10.3.4 Una vez que se ha alcanzado el punto final de la titulación el equipo mostrará en la pantalla el volumen equivalente o volumen consumido en el punto final.

4.2.3.10.3.5 Con el volumen desalojado determinar la normalidad de la solución de AgNO_3 .

$$\text{Normalidad } \text{AgNO}_3 = \frac{V \times P.\text{eq}}{m}$$

Donde:

V: Volumen de AgNO_3 desalojado en la titulación.

Peq: Peso equivalente del NaCl (0.05844 g/eq)

m: Peso en miligramos de NaCl usado para la estandarización.

4.2.4 Preparación de la muestra

4.2.4.1 Muestras líquidas:

Si la muestra presenta coloración rojiza, agregar 3 ml de la suspensión de hidróxido de aluminio, mezclar, dejar reposar y filtrar. De no disponer de esta solución se debe neutralizar a $\text{pH } 7 \pm 1$ para luego proceder a la determinación.

Si la muestra contiene o se sospecha la existencia de sulfitos, sulfuros o tiosulfatos, agregar 1 ml de peróxido de hidrógeno, agitar durante un minuto y luego proceder a la determinación.

4.2.4.2 Muestras Sólidas:

Se parte de una muestra representativa, no menor de 200 g, la muestra se homogeniza haciéndola pasar al menos dos veces por el molinillo de carne y luego mezclar.

Homogenizar la muestra y guardar en un envase hermético de tal manera que se evite su deterioro o cambio de composición. La muestra se debe analizar tan pronto como sea posible, pero siempre dentro de las 24 horas siguientes a su preparación.

4.2.5 Determinación

4.2.5.1 Muestras líquidas:

4.2.5.1.1 Medir un volumen de 50 ml de la muestra, considerar la necesidad de hacer diluciones en caso de que la concentración de cloruros sea muy elevada.

4.2.5.1.2 Colocar la muestra en agitación constante e introducir en esta el electrodo de plata

4.2.5.1.3 Fijar en el potenciómetro variable, los milivoltios determinados en 4.2.3.10.2

4.2.5.1.4 Presionar el botón para dispensar la solución de AgNO_3 .

4.2.5.1.5 Al llegar al punto final el equipo mostrará el volumen desalojado en la titulación.

4.2.5.2 Muestras sólidas:

4.2.5.2.1 Pesar en un vaso de precipitado de 0.5 a 10 g de la muestra preparada, dependiendo de la concentración de sal de producto

4.2.5.2.2 Agregar aproximadamente 20 ml de agua caliente (50°C)

4.2.5.2.3 Agitar con varilla, hasta disolver completamente la muestra.

4.2.5.2.4 Dejar reposar unos 30 minutos (tiempo de extracción)

4.2.5.2.5 Agregar agua fría hasta completar 60 ml aproximadamente.

4.2.5.2.6 Fijar en el potenciómetro variable los milivoltios determinados en 4.2.3.10.2

4.2.5.2.7 Presionar el botón para dispensar la solución de AgNO_3 .

4.2.5.2.8 Al llegar al punto final el equipo mostrará en pantalla el volumen desalojado en la titulación.

4.2.6 Cálculos

Calcular el contenido de sal (% sal), como cloruro de sodio mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{NaCl} = \frac{V \times N \times P_{\text{eq}} \times \text{FD}}{P_m \text{ ó } V_m} \times 100$$

Donde:

% NaCl: Porcentaje de cloruro de sodio presente en la muestra.

V: Volumen de AgNO_3 , consumidos durante la titulación de la muestra

Peq: Peso equivalente del cloruro de sodio (0.05844 g/eq.)

FD: Factor de dilución en caso de que se halla empleado dilución de la muestra.

Pm ó Vm: Peso o volumen de la muestra analizada en g o ml respectivamente

4.2.7 Informe

Véase punto 4.1.7

4.3 Método: Volhard

4.3.1 Principio

El método de Volhard, se utiliza para la determinación indirecta de cloruros. Este método consiste en agregar a la solución de muestra de alimento que contiene cloruro, un exceso cuidadosamente medido de nitrato de plata normalizado, una vez introducidas las cantidades apropiadas de ácido y de indicador alumbre férrico (sulfato férrico amónico).

Una cantidad de nitrato de plata estequiométricamente equivalente a la cantidad de cloruro de plata; entonces se retrovalora el exceso de nitrato de plata con solución normalizada de tiocianato de potasio o de amonio hasta la aparición del complejo de color pardo rojizo, $\text{Fe}(\text{SCN})_2$.

4.3.2 Materiales y equipos:

4.3.2.1 Molinillo

4.3.2.2 Erlenmeyer 250 ml.

4.3.2.3 Bureta 50 ml

4.3.2.4 Pipeta 5 ml.

4.3.2.5 Balanza analítica.

4.3.2.6 Perlas de vidrio.

4.3.3 Reactivos:

4.3.3.1 Nitrato de plata (AgNO_3) 0.1 N

4.3.3.2 Ácido nítrico 1:1

4.3.3.3 Tiocianato de amonio o de potasio 0.1 N

4.3.3.4 Sulfato de hierro y amonio (Indicador)

4.3.3.5 Agua destilada

4.3.4 Procedimiento:

4.3.4.1 Pesar 3 gr. de muestra y colocarla en un erlenmeyer.

4.3.4.2 Agregar 20 ml de AgNO_3 0.1 N.

4.3.4.3 Luego 6 perlas de vidrio.

4.3.4.4 Adicionar 20 ml de Ácido Nítrico 1:1 y 15 ml de H_2O destilada.

4.3.4.5 Hervir por 7 minutos (se forma un precipitado amarillo) y dejar enfriar.

4.3.4.6 Adicionar 50 ml de H_2O destilada y 5 ml del indicador (sulfato de hierro y amonio).

4.3.4.7 Titular con tiocianato de amonio 0.1 N hasta viraje a pardo-rojizo.

4.3.4.8 Anotar la cantidad de tiocianato de amonio gastados en la titulación.

4.3.4.9 Efectuar los cálculos.

4.3.5 Expresión de los Resultados:

$$\% \text{NaCl} = \frac{(\text{ml } \text{AgNO}_3 \times \text{N } \text{AgNO}_3 - \text{ml } \text{SCN} \times \text{N } \text{SCN}) \text{ meq } \text{NaCl}}{\text{m}} \times 100$$

Donde:

% NaCl: Porcentaje de cloruro de sodio

ml AgNO₃: Mililitro de nitrato de plata

N AgNO₃: Normalidad de nitrato de plata

ml SCN: Mililitro de tiocianato de amonio

N SCN: Normalidad de tiocianato de amonio

meq NaCl= 0.05843

4.3.6 Informe

Véase punto 4.1.7

4.4 Método de Chloride Meter

4.4.1 Principio

La muestra a ser analizada es añadida cuantitativamente (100 microlitros) a una solución buffer. Se pasa una corriente constante entre dos electrodos de plata, los cuales, liberan iones plata a una velocidad constante en la solución. Estos iones plata se combinan con los iones cloruros presentes en la solución de la muestra añadida y precipitan como Cloruro de Plata insoluble. Cuando todo el cloruro se ha combinado con la plata generada, los iones plata libres se encuentran disponibles en la solución y su presencia se detecta por otros electrodos de plata. La lectura del equipo se detiene cuando se detecta un exceso de iones plata, que es equivalente a la concentración de la muestra analizada.

4.4.2 Materiales y equipos

4.4.2.1 Molinillo

4.4.2.2 Chloride Meter

4.4.2.3 Balanza analítica

4.4.2.4 Barra magnética

4.4.2.5 Beakers de 50 ml de vidrio y plástico

4.4.2.6 Varilla de vidrio

4.4.2.7 Papel Whatman # 1 ó su equivalente

4.4.2.8 Balón aforado de 100 ml

4.4.3 Reactivos

4.4.3.1 Solución buffer (provista por el fabricante del equipo)

4.4.3.2 Solución standard de cloruro de sodio (100 meq/l)

4.4.4 Procedimiento

4.4.4.1 Pesar aproximadamente 10 g de la muestra preparada en un beaker de 50 ml

4.4.4.2 Trasvasar a un balón de 100 ml con ayuda de 40 ml agua destilada caliente, lavando el beaker cuidadosamente.

4.4.4.3 Enfriar y enrasar

4.4.4.4 Filtrar con papel Whatman # 1 y proceder a la determinación con el Chloride Meter.

4.4.5 Determinación

Cada equipo (según su marca) trae las especificaciones para la determinación, pero en general son:

4.4.5.1 Verificar que los electrodos estén limpios.

4.4.5.2 Encender el equipo

4.4.5.3 Colocar en el beaker de 50 ml plástico 15 ml aproximadamente de solución Buffer y una barra magnética

4.4.5.4 Acondicionar los electrodos con la solución buffer.

4.4.5.5 Una vez acondicionados los electrodos, proceder a la lectura del patrón de cloruro sodio (100 meq/l), con ayuda de una micropipeta agregar 100 µl de solución standard en el beaker y la lectura del standard debe ser aproximadamente 100 meq/l ± 0,2.

4.4.5.6 Proceder a la lectura de la muestra, colocando 100 µl del filtrado en el beaker que contiene la solución buffer.

NOTA 2: En esta solución Buffer podemos realizar hasta 20 determinaciones dependiendo de la naturaleza de la muestra, pero en el caso de tener alta concentración de cloruros serían menos determinaciones.

4.4.6 Cálculos

$$\% \text{NaCl} = \frac{\text{Lectura de la muestra} \times 100 \text{ ml} \times 0,0585}{m \times 1000 \text{ ml}} \times 100$$

Donde:

% NaCl: Porcentaje de cloruro de sodio

Lect. de la muestra: Miliequivalente de la muestra

0,0585 = peso meq NaCl

m: muestra en g

4.4.7 Informe

Véase punto 4.1.7.

BIBLIOGRAFIA

Standar Methods for examination of water and wastewater. 16 th edition 1985

Manual de operación de equipo potenciométrico para determinación de sal. Metrohm.

Participaron en la revisión de esta norma: Afanador, María Victoria, Ascanio, Norelis; Castro, Roger; Di Caro, Rosa; Del Valle, Lugo, Fermín, Lesly; Miranda, Mariela; Molina, Mildred; Ovalles, Martha; Poleo, Aleida, Vivas, Elizabeth.

COVENIN
1223:2002

CATEGORÍA
C

FONDONORMA
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



FONDONORMA

Depósito Legal: If55520026642221
ISBN: 980-06-3038-3
ICS: 67.120.10

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

Descriptores: Producto cárnico, determinación del contenido de sal.