

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
1289-78**

**FRUTAS, VEGETALES Y
PRODUCTOS DERIVADOS.
DETERMINACION DE DIOXIDO
DE AZUFRE (SO₂).**



TRAMITE

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

SUBCOMITE: CT10/SC2 ADITIVOS Y CONTAMINANTES
COORDINADORES: Milagros Díaz
Marisela Seijas

PARTICIPANTES

<u>ENTIDAD</u>	<u>REPRESENTANTES</u>
CENTRO DE INVESTIGACIONES DEL ESTADO PARA LA PRODUCCION EXPERIMENTAL AGROINDUSTRIAL (CIEPE)	Isabel Moreno
FACULTAD DE CIENCIAS VETERINARIAS U.C.V.	Trina Vargas
MINISTERIO DE SANIDAD Y ASISTENCIA SOCIAL	Ofelia de López
FACULTAD DE FARMACIA U.C.V.	Fernando Asuaje, Diego Piña, Fanny de Padilla
FACULTAD DE CIENCIAS U.C.V.	Juan Carlos Cipolletti Mary Garcés
INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE	Rosario de Leal
CAMARA VENEZOLANA DE LA INDUSTRIA DE ALIMENTOS (CAVIDEA)	Orlando Guédez Alfredo Sossa

ESPECIALIDADES ALIMENTICIAS S.A.
(ESPALSA)

Elvira Bukowski
M^a Eugenia Ortíz

INSTITUTO VENEZOLANO DE LOS SEGUROS
SOCIALES. DIVISION DE MEDICINA DEL
TRABAJO

Berenice de García

ASOCIACION NACIONAL DE INDUSTRIALES
DEL CAFE (ANICAF)

Alfredo Centeno

DISCUSION PUBLICA:

Fecha de envío: 7-1-77

Duración: 60 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 30-11-77

FECHA DE APROBACION POR COVENIN: 14-02-78

NORMA VENEZOLANA

FRUTAS, VEGETALES Y PRODUCTOS
DERIVADOS. DETERMINACION DE
DIOXIDO DE AZUFRE (SO₂)

COVENIN
1289-78

1 ALCANCE

Esta norma contempla los métodos de ensayo para la determinación cualitativa y cuantitativa de dióxido de azufre (SO₂) en productos elaborados a partir de frutas y vegetales (jugos, vinos, frutas deshidratadas, vegetales deshidratados y productos de humedad intermedia, a excepción de los vegetales que contengan azufre E_j : repollo, cebolla, ajo, ajoporro, coliflor, etc.)

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta norma es completa.

3 METODOS DE ENSAYO

3.1 METODO CUALITATIVO

3.1.1 Principio del ensayo

El método consiste en la detección de anhídrido sulfuroso (SO₂) transformado en sulfuro de hidrógeno (H₂S), mediante el uso de Acido Clorhídrico (HCl) y papel impregnado en Acetato de Plomo (CH₃COO)₂Pb.

3.1.2 Equipo de ensayo

3.1.2.1 Aparatos

3.1.2.1.1 Pipetas graduadas de 10, 25 y 50 ml.

3.1.2.1.2 Erlenmeyer de 200 ml.

3.1.2.1.3 Balanza analítica.

3.1.2.1.4 Mechero de llama regulable.

3.1.2.1.5 Probeta graduada.

3.1.2.1.6 Vasos de precipitado de 100 ml.

3.1.2.1.7 Baño María

3.1.2.2 Reactivos

3.1.2.2.1 Zinc metálico libre de azufre.

3.1.2.2.2 Acido clorhídrico concentrado ($d=1,19$ g/ml).

3.1.2.2.3 Papel de filtro impregnado en acetato de plomo.

3.1.3 Material a ensayar

El material a ensayar consiste en una muestra representativa de productos elaborados a partir de frutas y vegetales.

3.1.4 Procedimiento

3.1.4.1 Se toma una muestra representativa del producto a analizar y se mezcla cuidadosamente para eliminar escape de SO_2 antes de empezar el análisis.

3.1.4.2 Se toman, mediante una pipeta, 25 a 50 ml de la muestra (añadiéndole agua si es necesario) y se transfieren a un erlenmeyer de 200 ml.

3.1.4.3 Se añaden algunos trozos de zinc y 3-4 ml de ácido clorhídrico concentrado.

3.1.4.4 Se coloca inmediatamente en la boca del erlenmeyer el papel impregnado en acetato de plomo, y se calienta suavemente hasta ebullición por algunos segundos.

3.1.4.5 El oscurecimiento del papel demuestra la presencia de dióxido de azufre.

3.2 METODO CUANTITATIVO

3.2.1 Principio del ensayo

El método consiste en la reacción del peróxido de hidrógeno con anhídrido sulfuroso para formar ácido sulfúrico. La acidez producida se titula con una solución alcalina previamente normalizada.

3.2.2 Equipo de ensayo

3.2.2.1 Aparatos

3.2.2.1.1 Pipetas graduadas de 25, 50 y 100 ml.

3.2.2.1.2 Buretas.

3.2.2.1.3 Balanza analítica.

3.2.2.1.4 Matraces aforados de 100 y 1000 ml.

3.2.2.1.5 Aparato de destilación (Figura 1) formado por:

a) Matraz de fondo redondo de 2 ó 3 bocas con uniones estándar de 24-40, 34-40 y volumen de 1000 ml (A).

b) Condensador de Ahllin con uniones estándar de 24-40 (B).

c) Tubo receptor de 100 ml (E), o fiola de 125 ml.

d) Embudo de separación de 125 ml (C).

e) Manta de calentamiento con regulador de temperatura.

f) Tubo conector (D).

3.2.2.2 Reactivos.

3.2.2.2.1 Hidróxido de sodio (NaOH) p.a.

3.2.2.2.2 Solución de NaOH 0,05N.

3.2.2.2.3 Peróxido de hidrógeno (H_2O_2) 30% en peso p.a.

3.2.2.2.4 Solución de peróxido de hidrógeno neutro al 3%

Se prepara la solución de H_2O_2 al 3% y se ajusta al pH a 4, si se emplea CO_2 en lugar de nitrógeno, el pH se ajusta a 3,5 (El viraje de bromofenol es de 3,0-4,6), el pH se ajusta agregando solución de NaOH 0,05N.

3.2.2.2.5 Solución de NaOH 0,1N.

3.2.2.2.6 Acido clorhídrico concentrado (HCl) 37% ($d = 1,19$ g/ml)

3.2.2.2.7 Solución de HCl al 50% (V/V) 6 N.

3.2.2.2.8 Solución indicadora de bromofenol al 0,1%, en etanol al 20%.

3.2.2.2.9 Gas nitrógeno preferiblemente, o usar CO_2

3.2.3 Material a ensayar

El material a ensayar consiste en una muestra representativa de productos elaborados a partir de frutas y vegetales, tomada y mezclada cuidadosamente para evitar escape de SO_2 antes de empezar el análisis.

3.2.4 Procedimiento

3.2.4.1 Preparación de la muestra

3.2.4.1.1 Si se trata de un alimento deshidratado se pesan 16 ó 32 g de muestra, dependiendo del contenido de SO_2 .

3.2.4.1.2 Si se trata de un alimento de humedad intermedia, se corta en trozos pequeños, se pesan 16 ó 32 g de muestra, dependiendo del contenido de SO_2 .

3.2.4.1.3 Si se trata de un alimento líquido, se transfieren con una bureta 32 ó 54 ml de la muestra, dependiendo del contenido de SO_2 .

3.2.4.2 Determinación

3.2.4.2.1 Se dispone el aparato según el diseño de la figura 1.

3.2.4.2.2 Se añaden al balón (A) 280 ml de agua destilada y se inyecta una corriente de gas inerte (nitrógeno o CO_2) durante 10 minutos (a 300-500 ml/min) para desalojar el aire presente.

3.2.4.2.3 Sin interrumpir la entrada del gas, reducir la velocidad a 100-150 ml/min. Agregar la muestra al balón (A), cuantitativamente, ayudándose con un embudo para evitar que toque las paredes del balón.

3.2.4.2.4 Se añaden por medio de una pipeta, 25 ml de peróxido de hidrógeno (3.2.2.2.3) al frasco recibidor (E).

3.2.4.2.5 Se añaden al balón (A) 40 ml de solución de HCl (3.2.2.2.7) a través del embudo (C), dejando una pequeña cantidad de ácido en el cuello del embudo para evitar escape.

3.2.4.2.6 Se abre el flujo del agua en el condensador (B).

Se conecta la manta eléctrica y se deja hervir suavemente por 1 hora, regulando la temperatura de la manta eléctrica para evitar que la muestra se queme o se pierda.

3.2.4.2.8 Se deja enfriar el equipo y se remueve el tubo conector (D), lavando en (E) con agua destilada.

3.2.4.2.9 Se titula luego con la solución de hidróxido de sodio (NaOH) - - - (3.2.2.2.2) 0,05N hasta pH 4 o bien hasta viraje del indicador.

NOTA: Si se emplea CO₂, en lugar de nitrógeno, calentar durante 15 minutos en Baño María y enfriar a temperatura ambiente antes de titular. El indicador se debe agregar junto con el agua oxigenada en el tubo de Swifl (E), antes del calentamiento.

3.2.5 Expresión de los resultados

El contenido de SO₂ en la muestra se calcula mediante la siguiente expresión:

3.2.5.1 Muestras sólidas

$$\frac{\text{mg SO}_2}{\text{kg muestra}} = \frac{3,2 \times V}{P} \times 10^3$$

3.2.5.2 Muestras líquidas

$$\frac{\text{mg SO}_2}{\text{kg muestra}} = \frac{3,2 \times V}{V_1} \times 10^3$$

Donde:

3,2 = factor de conversión

1 ml de NaOH 0,1N = 3,2 mg de SO₂

V = volumen de NaOH 0,1N consumido en la titulación, en mililitros.

P = peso de la muestra, en gramos.

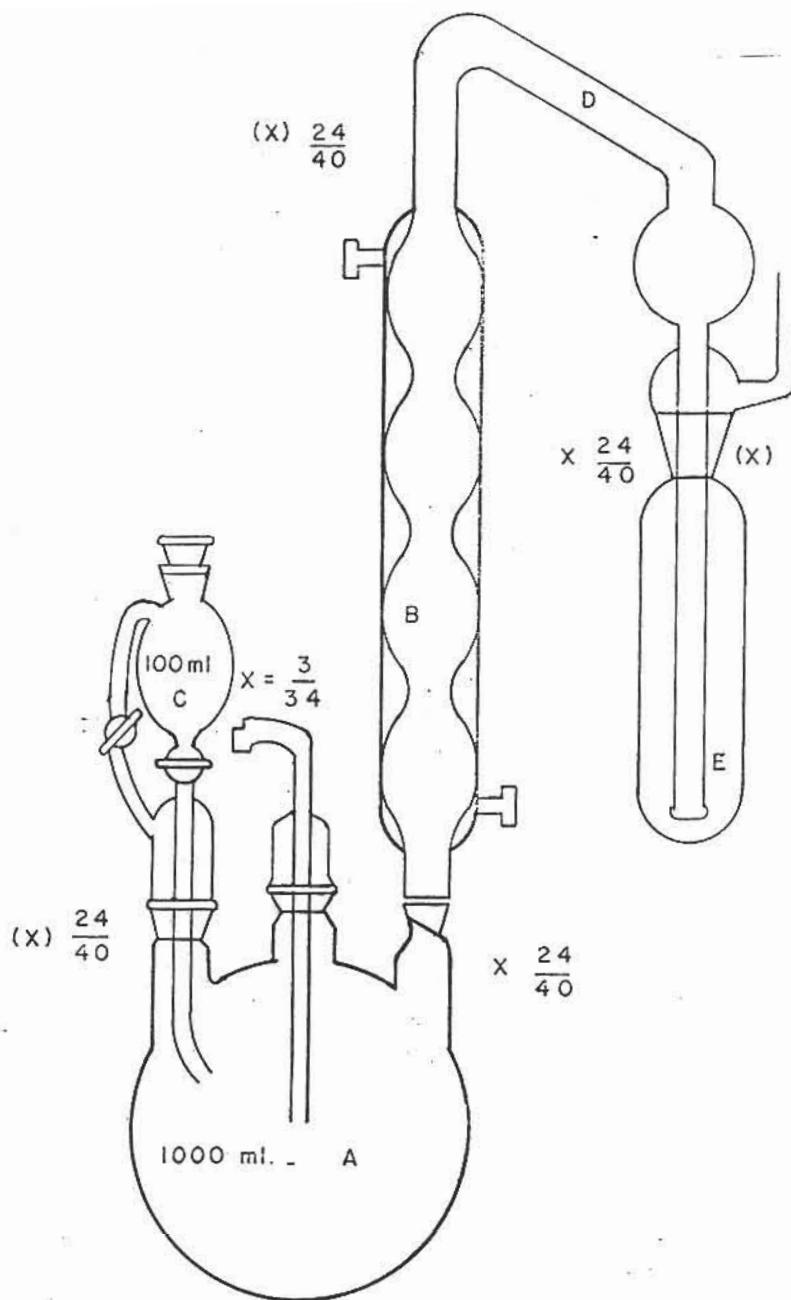
V₁ = volumen de la muestra, en mililitros.

4 APENDICE

4.1 BIBLIOGRAFIA

4.1.1 Specification and methods of testing and analysis of dehydrated vegetables 1969 "Deco" - Swiss - Israel.

4.1.2 AOAC 1975. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. 12 th edition.



(X) = CONEXION ESTANDAR (5)

FIGURA I

APARATO DE DESTILACION MONIER WILLIAMS

COVENIN
1289-78

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: 664.8:543

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