

Norma Venezolana COVENIN



2282-85



Alimentos para animales.

Determinación de fluor. Método volumétrico



CD.U. 636.087:542.2:

546.16

ISBN 980-619-00-8

QUALQUIER TRADUCCION O REPRODUCCION PARCIAL O TOTAL DE LA PRESENTE NORMA B-00-6109-086 NBSI
AUTORIZADA POR EL MINISTERIO DE FOMENTO

TRAMITE

COMITE: CT10 PRODUCTOS ALIMENTICIOS
PRESIDENTE: Dr. GUSTAVO TORO ALAYON
SECRETARIA: Ing. MILAGROS DIAZ SUAREZ
SUBCOMITE: CT10/SC8 ALIMENTOS PARA ANIMALES
COORDINADORA: Ing. MILAGROS DIAZ SUAREZ

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTES

PROTINAL DEL ZULIA C.A

Pablo Villena

UNIVERSIDAD DEL ZULIA
FACULTAD DE CIENCIAS VETERINARIAS

Ana de Alonso

BRANCA C.A

Idda Pérez Rojas

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
VETERINARIAS

Pedro Pablo Castillo

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE CIENCIAS VETERINARIAS

José Perdomo
Trina Vargas

PROTINAL VALENCIA C.A

José Rafael Ayala
Gonzalo Mora

SUPER S. C.A.

Jorge Mora

PRODUCTOS DE MAIZ S.A. (PROMASA)

José Morao

GRAMOVEN C.A

Aldemaro Archer
José Borges

PURINA DE VENEZUELA

Ana Meneses
Pablo Marín
Javier Ferradas

INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE

Ismael Aguilar
Gladys V. de Anderson
María Luisa Novoa

MINISTERIO DE AGRICULTURA Y CRIA
DIRECCION DE DESARROLLO GANADERO

Elsa Key
Luis Hernández

MINISTERIO DE SANIDAD Y ASISTENCIA
SOCIAL - DIVISION DE HIGIENE DE
LOS ALIMENTOS

Ada Pasek
Homer Bustillos
Alvaro Moros
Gustavo Toro

FONDO NACIONAL DE INVESTIGACIONES
AGROPECUARIAS (FONAIAP)

Pilar Flores
Alexis Moya

ASOCIACION DE INDUSTRIALES DE LA
CARNE (AICAR)

Gustavo Heredia

FUNDACION CIEPE

Reinaldo Lagonell

PRODUCTOS ALIMENTICIOS VENEZOLANOS
C.A. (PRALVEN)

María Julia Alvarez

UNIVERSIDAD DE LOS ANDES

Antonio Van Grieken

CAMARA VENEZOLANA DE LA INDUSTRIA
DE ALIMENTOS (CAVIDEA)

Manuel Cols

INDUSTRIA LACTEA VENEZOLANA (INDULAC)

Gladys Méndez

UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR

José Vidaurreta

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE AGRONOMIA

José Cagarra

DISCUSION PUBLICA:

PRIMERA: Fecha de envío: 25-02-80
 Duración: 45 días

SEGUNDA: Fecha de envío: 23-11-81
 Duración: 45 días

TERCERA: Fecha de envío: 04-07-84
 Duración: 45 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 04-07-85

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 20-08-85

NORMA VENEZOLANA

COVENIN

ALIMENTOS PARA ANIMALES

2282-85

DETERMINACION DE FLUOR

METODO VOLUMETRICO

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

- | | | |
|---------|---------|--|
| COVENIN | 1567-80 | Alimentos para animales. Método de muestreo. |
| COVENIN | 254-77 | Cedazos de ensayo. |
| COVENIN | 1155-79 | Alimentos para animales. Determinación de cenizas. |
| COVENIN | 1950-82 | Alimentos. Determinación de flúor. |

2 OBJETO

Esta norma contempla el método de determinación de flúor en productos tales como fosfatos cálcicos, carbonato de calcio, harina de huesos y otros compuestos relacionados, destinados al consumo animal.

3 RESUMEN DEL ENSAYO

El método se basa en la precipitación del flúor presente en una muestra como fluorsilicato el cual se recoge sobre hidróxido de sodio formándose así fluoruro sódico. El fluoruro sódico se valora con una solución de nitrato de torio y el resultado obtenido se lleva sobre una curva de calibración para obtener la cantidad de flúor presente en la muestra.

4 EQUIPO E INSTRUMENTOS

- 4.1 BALANZA ANALITICA, con precisión de 0,0001 g.
- 4.2 EQUIPO BASICO, que consiste de:

4.2.1 Matraz generador de vapor, el cual puede ser un Matraz de Florence de 1 a 3 l.

4.2.2 Matraz de destilación, que puede ser un matraz Claisen de 125 ml, equipado con un termómetro y una entrada de vapor a través de un tubo conductor que se extienda hasta 0,635 cm (1/2") desde el fondo del matraz.

4.2.3 Tubo condensador recto, de 200 a 400 mm.

4.3 MICROBURETA, de 10 ml, graduada en 0,02 ml.

4.4 MATRACES AFORADOS DE 250, 500 y 1000 ml.

4.5 VASOS DE PRECIPITADO de 200 ml de forma alta.

4.6 PIPETAS GRADUADAS.

4.7 PERLAS DE VIDRIO.

4.8 MORTERO.

4.9 CEDAZO COVENIN de 250 μ (Nº 60).

4.10 MAGNETO.

5 REACTIVOS

Todos los reactivos deberán ser de grado analítico y las soluciones deberán prepararse con agua destilada a menos que se especifique lo contrario.

5.1 SULFONATO SODICO DE ALIZARINA.

5.2 SOLUCION DE SULFONATO SODICO DE ALIZARINA. Se diluye 1 g de sulfonato sódico de alizarina hasta 1 l con agua.

5.3 ACIDO PERCLORICO.

5.4 SOLUCION DE HIDROXIDO DE SODIO AL 5 %.

5.5 SOLUCION INDICADORA DE FENOLFTALEINA AL 1 %

5.6 SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO 0,1 N.

5.7 SOLUCION TAMPON. Se disuelven 18,9 g de ácido monocloroacético en 200 ml de agua. Se neutralizan 100 ml de esta solución con solución de hidróxido de sodio 0,4 N (escasamente rosado a la fenolftaleína), se agregan los otros 100 ml de solución ácida y se diluye a 500 ml.

5.8 NITRATO DE TORIO, Tetrahidratado, $\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$, seco.

5.9 SOLUCION DE NITRATO DE TORIO 0,04N. Se disuelven 5,522 g de nitrato de torio, en 1 litro de agua.

5.10 FLUORURO DE SODIO, NaF.

5.11 SOLUCION DE FLUORURO DE SODIO 0,04N. Se disuelven 0,840 g de fluoruro de sodio en 500 ml de agua. Deben usarse alícuotas de esta solución para valorar la solución de nitrato de torio y preparar una curva, graficando volumen de solución de fluoruro de sodio (ml) contra % flúor.

6 PREPARACION DE LA MUESTRA

6.1 La toma de muestra se hará según lo indicado en la Norma COVENIN 1567.

6.2 Previo al análisis, la muestra debe estar finamente molida y exenta de materia orgánica y cloruro de sodio.

6.2.1 Muestras que contengan materia orgánica y/o cloruro de sodio

a) Se reduce la muestra a cenizas según lo indicado en la norma COVENIN 1155 (Ver Nota).

b) Si la muestra contiene NaCl éste se elimina mediante precipitación con perclorato de plata y se trabaja con la solución nuevamente.

6.2.2 Fosfatos obtenidos a altas temperaturas (800 a 1000°C) no requieren incineración.

NOTA: Cuando se vayan a analizar sales mineralizadas y otros compuestos que contengan materia orgánica, se tomará la precaución de reducir la muestra a cenizas a una temperatura de 600°C antes de la

digestión en ácido perclórico para evitar el riesgo de explosión

6.2.3 Cuando se trate de roca fosfática, debe tomarse una muestra representativa de modo que el 100% de ella atraviese el cedazo COVENIN de 250 μ . Se separan las limaduras de hierro que puedan estar presentes con un magneto, se mezcla bien y se transfiere a un recipiente para muestras.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Se pesan 0,5 g de muestra en el matraz de digestión, se agregan dos perlas de vidrio, 10 ml de ácido perclórico y 5 ml de agua.

7.2 Se coloca el matraz en el aparato (ver figura 1) con el tubo de vapor desconectado. Se aplica calor al matraz de digestión y cuando la temperatura alcance 120°C se conecta el tubo de vapor. La temperatura en el matraz de digestión debe mantenerse alrededor de 135°C y no debe exceder de 145°C.

7.3 La tasa de destilación puede ser rápida, pero el destilado debe estar frío y no debe permitirse escape de vapor a través del condensador.

7.4 Se recogen alrededor de 225 ml de destilado en un matraz volumétrico de 250 ml, se lleva hasta el aforo, se mezcla y se transfiere una alícuota de 10 a 50 ml, a un vaso de precipitados de forma alta, de 200 ml. Se neutraliza con solución de hidróxido de sodio al 5% usando 1 gota de solución de fenolftaleína; se agregan cinco gotas de solución de sulfonato sódico de alizarina y se neutraliza con solución de ácido clorhídrico 0,1N.

7.5 Se agregan 2,5 ml de solución tampón y se titula con solución de nitrato de torio hasta la primera aparición de un color rosado débil.

7.6 El porcentaje de flúor se obtiene a partir de la curva de calibración.

NOTA: El contenido de flúor en el destilado puede determinarse también por el método del electrodo específico (ver norma COVENIN 1950).

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

El contenido de flúor en la muestra se expresa en porcentaje.

9 INFORME

El informe del ensayo deberá indicar como mínimo la siguiente información:

1. Ensayo realizado según la Norma COVENIN 2282.
2. Fecha en la cual se realizó el ensayo.
3. Identificación completa de la muestra (naturaleza, lote o remesa, origen, fecha del muestreo, etc.).
4. Resultados del ensayo.

BIBLIOGRAFIA

AFPC 1980 Methods used and adopted by the Association of Florida Phosphate Chemists. Section IX. 6th Edition P.O. Box 1645. Bartow, Florida 33830. USA.

FIG. 1

APARATO PARA LA DETERMINACION DEL FLUOR

NOTA: El contenido de fluor en el destilado puede determinarse por el método del ácido oxálico (ver nota EWEIN 1950)

EXPRESION DE LOS RESULTADOS

El contenido de fluor en la muestra se expresa en porcentajes.

APARATO

El aparato del ensayo debe indicarse como sigue a siguiente informacion:

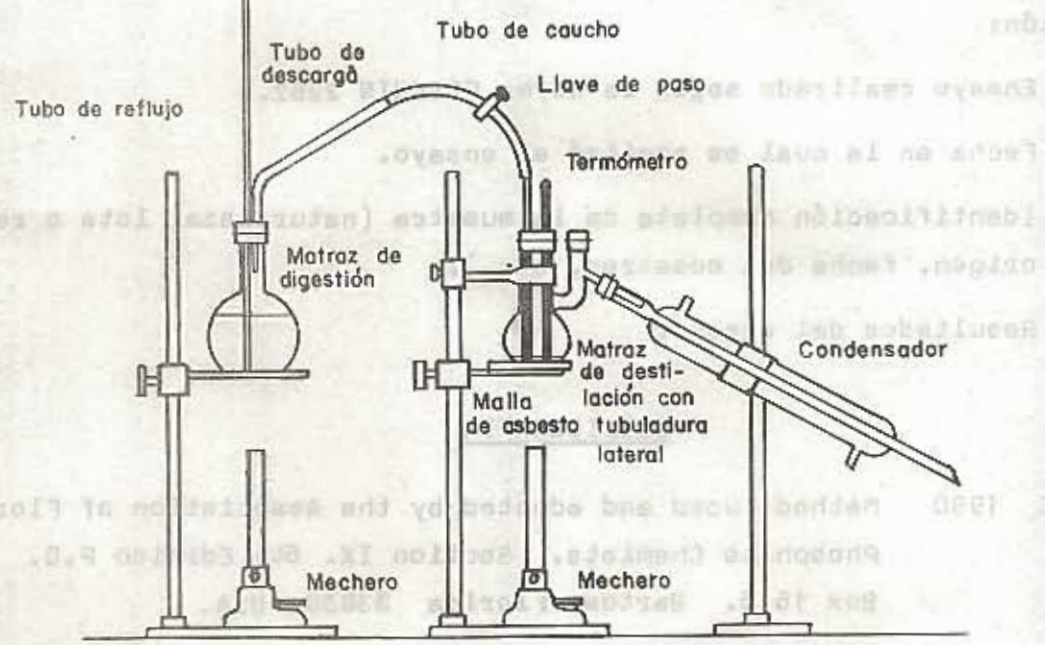


FIG. 1

APARATO PARA LA DETERMINACION DEL FLUOR

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