

**Norma Venezolana COVENIN**



**2475-87**

**Alimentos para animales. Determinación de cobalto. Método colorimétrico.**



QUALQUIER TRADUCCION O REPRODUCCION PARCIAL O TOTAL DE LA P. 23. 425 : 803. 639 U D C  
AUTORIZADA POR EL MINISTERIO DE FOMENTO.

ISBN 980-06-0201-1

## IRAMIE

COMITE: CT10 PRODUCTOS ALIMENTICIOS  
VICEPRESIDENTE: DR. JOSE FELIX CHAVEZ  
SECRETARIA: LIC. OMAIRA GUAITA  
SUBCOMITE: CT10/SC14 METODOS DE ENSAYO  
COORDINADOR: LIC. NORMA ARIAS  
LIC. GISELA PADRON

## PARTICIPANTES

### ENTIDAD

MINISTERIO DE SANIDAD Y  
ASISTENCIA SOCIAL

INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA

- FACULTAD DE FARMACIA

UNIVERSIDAD DE LOS ANDES

- FACULTAD DE FARMACIA

UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR

FUNDACION CIEPE

ASOCIACION AMERICANA DE SOYA

TECNIALIMENTOS, C.A.

CEIFA

LABORATORIOS C.A.M. C.A.

### REPRESENTANTES

VICMAR DE PERNIA  
SONIA AGUILAR  
DOUGLAS YANEZ

MILAGROS POLANCO

FANNY CARRILLO DE PADILLA

ANTONIO VAN BRIEKEN

JOSE LUIS VIDAURRETA

EUMELIA GOMEZ

JOSE FELIX CHAVEZ

CARIN M. SOULAVY

NELLY SALAS

MERIDA DE PAVAN

DISCUSION PUBLICA

Fecha de envio: 09-07-87

Duración: 45 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 04-11-87

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 08-12-87

PARTICIPANTES

REPRESENTANTES

VICHAIR DE PERMIA  
SONIA AGUILAR  
DOUGLAS YANEZ

NICARDO POLANCO

FANNY CARRILLO DE PADILLA

ANTONIO VAN BRICKEN

JOSE LUIS VIDARRETA

EUSELIA GOMEZ

JOSE FELIX CHAVEZ

CARIN M. SOULAVY

WELLY SALAS

REYNA DE PAVAN

ENTIDAD

MINISTERIO DE SALUD Y  
ASISTENCIA SOCIAL

INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA

FACULTAD DE FARMACIA

UNIVERSIDAD DE LOS ANDES

FACULTAD DE FARMACIA

UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR

FUNDACION CIEPE

ASOCIACION AMERICANA DE SOYA

TECNALIMENTOS, S.A.

CEISA

LABORATORIOS C.A.M. S.A.



NORMA VENEZOLANA  
ALIMENTOS PARA ANIMALES.  
DETERMINACION DE COBALTO  
METODO COLDRIMETRICO

COVENIN  
2475-87

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta Norma es completa.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el método de ensayo para la determinación de cobalto en productos minerales destinados al consumo animal.

3 EQUIPO

3.1 ESPECTROFOTOMETRO O COLORIMETRO

3.2 BALANZA ANALITICA.

3.3 MUFLA.

3.4 CRISOLES DE PORCELANA O PLATINO.

3.5 MATRACES AFORADOS, de 100, 200, 500 y 1000 ml.

3.7 PIPETAS VOLUMETRICAS.

3.8 PLANCHA DE CALENTAMIENTO.

3.9 CILINDROS GRADUADOS.

3.10 PAPEL DE FILTRO, libre de cenizas con velocidad de filtración media.

4 REACTIVOS

Todos los reactivos deberán ser de grado analítico y el agua, a menos que se especifique lo contrario, deberá ser destilada.

4.1 SOLUCION PATRON DE COBALTO (0,05 mg/ml). Se disuelven 0,2385 g de sulfato de cobalto heptahidratado ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ ) en agua y se diluye a 1 L.

4.2 SOLUCION ACUOSA SAL NITROSO-R. (Sal sódica del ácido 2 hidroxí-1- nitroso - 3,6 naftalendisulfónico). Se disuelve 1 g de la sal  $[(\text{C}_{10}\text{H}_4\text{OH} \cdot \text{NO} (\text{SO}_3\text{Na})_2)]$  en agua y se diluye a 500 ml.

4.3 ACIDO SPEKKER. Se mezclan 150 ml de ácido fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) al 85% y 150 ml de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) y se diluye a 1 L con agua.

4.4 SOLUCION DE ACETATO DE SODIO. Se disuelven 500 g de acetato de sodio



trihidratado ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) en agua y se diluye a 1L.

4.5 ACIDO CLORHIDRICO CONCENTRADO ( $\text{HCl}$ )  $d = 1,19$ .

4.6 SULFURO DE HIDROGENO ( $\text{H}_2\text{S}$ ).

4.7 SOLUCION DE ACIDO SULFURICO, al 1% saturado con sulfuro de hidrógeno.

4.8 ACIDO NITRICO CONCENTRADO ( $\text{HNO}_3$ ).

4.9 SOLUCION DE HIDROXIDO DE SODIO, al 30%.

4.10 SOLUCION ALCOHOLICA DE FENOLFTALEINA, al 1%.

## 5 PROCEDIMIENTO

### 5.1 CURVA PATRON

5.1.1 De la solución patrón de cobalto (4.1) se toman alícuotas de 1, 2 hasta 11 ml y se transfieren a matraces aforados de 100 ml.

5.1.2 Se añade a cada matraz, 2 ml de ácido Spekker, 10 ml de la solución sal nitroso-R y 10 ml de la solución de acetato de sodio.

5.1.3 Simultáneamente se prepara un blanco colocando en un matraz aforado de 100 ml, 2 ml de ácido Spekker y 10 ml de la solución de acetato de sodio. No se añade solución sal nitroso-R.

5.1.4 Se llevan a una plancha caliente (5.1.2 y 5.1.3) hasta ebullición. Se añade a cada uno, 5 ml de ácido nítrico y se dejan hervir durante más de 1 min pero menos de 2 min. Se dejan enfriar y se diluyen a volumen.

5.1.5 Se lee la absorbancia a 540 nm de cada una de las soluciones contra el blanco y se construye la curva patrón.

### 5.2 DETERMINACION

5.2.1 Se pesan 2 g de la muestra en crisoles de porcelana o platino y se lleva a la mufla a  $600^\circ\text{C}$  hasta la obtención de cenizas de color blanco o gris.

5.2.2 Las cenizas obtenidas en 5.2.1 se transfieren a un matraz aforado de 200 ml, con 20 ml de ácido clorhídrico y 50 ml de agua. Se hierve durante 5 min, se enfría, se diluye a volumen con agua y se deja decantar.

5.2.3 De la solución obtenida en 5.2.2, se toma una alícuota de manera que la concentración de cobalto sea menor o igual a 0,5 mg y se transfiere a un matraz Erlenmeyer.

5.2.4 Se pasa, a través de la solución, una corriente de sulfuro de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{S}$ ) durante 10 min. Se filtra directamente a un matraz aforado de 100 ml, usando papel de filtro libre de cenizas con velocidad de filtración media y se lava con aproximadamente 50 ml de solución de ácido sulfúrico al 1% saturado con sulfuro de hidrógeno.

5.2.5 Se añaden 2 perlas de vidrio, se deja hervir, agitando con frecuencia,



hasta que se libere todo el  $H_2S$ . Se agregan 5 ml de ácido nítrico y se hierve hasta la desaparición de los vapores nitrosos.

**NOTA:** A medida que el volumen de la solución disminuye, ésta puede hervir bruscamente causando salpicaduras, si esto ocurre retire inmediatamente el matraz de la plancha. Pequeñas cantidades residuales de ácido nítrico no afectan el resultado.

5.2.6 Se enfría, se añaden 2 gotas de fenolftaleína y se neutraliza con solución de hidróxido de sodio al 30%, al primer color rosado pálido. Inmediatamente se añaden 2 ml de ácido Spekker seguido por 10 ml de la solución sal nitroso-R y 10 ml de la solución de acetato de sodio.

5.2.7 Se hierve a ebullición fuerte; se añaden cuidadosamente 5 ml de ácido nítrico y se deja hervir durante no menos de 1 min, pero no más de 2 min. Se enfría y se diluye a volumen.

5.2.8 Se lee la absorbancia a 540 nm y se corrige la lectura con el blanco.

## 6 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

El contenido de Cobalto en la muestra se expresa en miligramos por 100 gramos y se calcula como sigue:

$$C = \frac{A \times F}{m \times 10}$$

Donde:

C = Contenido de cobalto en mg/100 g.

A = Concentración de cobalto determinada a partir de la curva patrón, en microgramos.

F = Factor de dilución de la muestra.

m = Masa de la muestra, en gramos.

## 7 INFORME

Deberá contener, como mínimo, la siguiente información:

- a) Número y título de esta Norma COVENIN.
- b) Fecha en la cual se realizó el ensayo.
- c) Identificación de la muestra.
- d) Resultados.
- e) Observaciones.

BIBLIOGRAFIA

A.O.A.C. 1980 Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. 13th edition. Washington D.C pag. 137 y 138.

EXRESION DE LOS RESULTADOS

El contenido de Cobalto en la muestra se expresa en microgramos por 100 gramos y se calcula como sigue:

$$C = \frac{A \times F}{m \times 10}$$

- C = Contenido de cobalto en  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .
- A = Concentración de cobalto determinada a partir de la curva patrón, en microgramos.
- F = Factor de dilución de la muestra.
- m = Masa de la muestra, en gramos.

INCORRE

Deberá contener, como mínimo, la siguiente información:

- a) Nombre y título de esta Norma Covenin.
- b) Fecha en la cual se realizó el ensayo.
- c) Identificación de la muestra.
- d) Resultados.
- e) Observaciones.





COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES  
MINISTERIO DE FOMENTO  
Av. Andres Bello Edif. Torre Fondo Común Piso II  
CARACAS

**publicación**

IMPRESO EN EL TALLER DE KOVENIN

**de:**

