

Norma Venezolana COVENIN



2476-87

Alimentos para animales. Determinación de molibdeno
Método colorimétrico.



C D U 636. 087: 543. 42

ISBN 980-06-0202-X

AUTORIZADA POR EL MINISTERIO DE FOMENTO
CUALQUIER TRADUCCION O REPRODUCCION PARCIAL O TOTAL DE LA PRESENTE

TRONITE

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

TECHIALIMENTOS, 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

DE PERM
2011000
2 YANET
OR POLANI

BRITTE DE PADILLA

ANTONIO VAN CALEXEN
JOSE LUIS VIDARRETA
EMELIA SORZI
JOSE BELIX CHAVEZ
CARIN M. GOUVAT
NELLY SANCHEZ
MERIDA DE SAAVA

UNION

INTERNO
FACULTAD
UNIVERSIDAD
FUNDACION
FACULTAD
FACULTAD
FACULTAD

NORMA VENEZOLANA
ALIMENTOS PARA ANIMALES.
DETERMINACION DE MOLIBDENO
METODO COLORIMETRICO

COVENIN
2476-87

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 molibdeno en suplementos minerales destinados al consumo animal.

3 EQUIPO

3.1 ESPECTROFOTOMETRO O COLORIMETRO

3.2 BALANZA ANALITICA.

3.3 MATRACES AFORADOS.

3.4 VASOS DE PRECIPITADO.

3.5 EMBUDO DE SEPARACION DE 125 ml.

3.6 PLANCHA DE CALENTAMIENTO.

3.7 PIPETAS VOLUMETRICAS.

3.8 BURETA.

3.9 CENTRIFUGA.

3.10 EQUIPO PARA EFECTUAR DIGESTIONES CON ACIDOS FUERTES

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 ALCOHOL ISOAMILICO; 3-metil-1-butanol, punto de ebullición 128 - 132°C

4.2 SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO, al 20%.

4.3 SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO 6N, (Se estandariza hasta la 2a. cifra decimal).

4.4 SOLUCION PATRON DE HIERRO (100 μ g/ml). Se disuelven 0,7022 g de sulfato ferroso amónico ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) en agua, se añade 1 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) y se diluye a 1L.

4.5 SOLUCION PATRON DE MOLIBDENO (100 μ g/ml). Se disuelven 0,0920 g de molibdato de amonio ($\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) en agua y se diluye a 500 ml.

4.6 SOLUCION DE TRABAJO (5 μ g/ml). Se diluyen 25 ml de la soluci3n patr3n de molibdeno a 500 ml.

4.7 SOLUCION DE TIOCIANATO DE POTASIO, al 20%. Se disuelven 50 g de tiocianato de potasio (KSCN) en agua y se diluye a 250 ml.

4.8 SOLUCION DE FLUORURO DE SODIO SATURADA. Se a~aden 200 ml de agua a aproximadamente 10 g de fluoruro de sodio (NaF), se agita hasta saturaci3n y se filtra.

4.9 SOLUCION DE CLORURO ESTANOSO, al 20%. Se pesan 10 g de cloruro estannoso ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), se colocan en un vaso de precipitado, se adicionan 10 ml de la soluci3n de acido clorh3drico al 20% y se calienta hasta que est3 completamente disuelto. Se deja enfriar, se a~aden gr3nulos de esta~o met3lico y se diluye a 50 ml con agua. Se almacena en frascos de vidrio con tapa esmerilada, y se debe preparar en el momento de su uso.

4.10 SOLUCION ACUOSA DE CLORURO ESTANOSO, al 0,8%. Se diluyen 4 ml de la soluci3n al 20% (4.9) a 100 ml con agua.

4.11 ACIDO NITRICO CONCENTRADO (HNO_3). $d = 1,42$

4.12 ACIDO PERCLORICO, al 70 6 72%.

4.13 HIDROXIDO DE AMONIO (NH_4OH).

4.14 SOLUCION DE ANARANJADO DE METILO AL 0,1%.

5 PROCEDIMIENTO

5.1 Se pesan de 1 a 5 g de la muestra finamente molida, que contenga 35 μ g de Mo o menos, y se colocan en un vaso de precipitado de 200 ml de forma alta. Para 1, 2 6 5 g de muestra se a~aden 10, 15 6 35 ml de acido n3trico respectivamente.

5.2 Se tapa con un vidrio de reloj y se deja reposar aproximadamente 15 min. Luego se calienta cuidadosamente en ba~o de vapor o sobre plancha caliente a aproximadamente 100°C, evitando que la espuma se aproxime a la parte superior, si esto ocurre se retira el vaso de la plancha hasta que la espuma baje. Se contina calentando y se digiere aproximadamente durante 2 horas o hasta que la mayor3a de los s3lidos desaparezcan.

5.3 Se enfria a temperatura ambiente. Si el contenido tiende a secarse, se a~aden unos pocos ml de acido n3trico. Se a~aden 6 ml de acido percl3rico al 70 6 72%. Se tapa el vaso de precipitado, se coloca sobre la plancha caliente y se aumenta gradualmente la temperatura hasta que el contenido hierva vigorosamente, pero sin que salpique. Se contina calentando hasta que la digesti3n sea completa lo cual es indicado por la decoloraci3n del l3quido o por un amarillo p3lido. Si es necesario se repite la adici3n de acido n3trico y de acido percl3rico y se

continúa la digestión hasta que el carbono esté completamente oxidado.

NOTA: Para algunos productos alimenticios y premezclas, la digestión nítrico-perclórica puede ser sustituida por digestión nítrico-sulfúrico.

5.4 Finalizada la digestión, se retira parcialmente el vidrio de reloj y se evapora hasta sequedad o hasta que el residuo aparezca ligeramente húmedo. Se retira el vaso de precipitado de la plancha y se enfría. Se lavan las paredes del vaso de precipitado y el lado inferior del vidrio de reloj con algunos mililitros de agua, se regresa el vaso a la plancha y se hierve por unos minutos. Se retira de la plancha, se enfría lavando de nuevo el vaso y la tapa como se indicó anteriormente.

5.5 Se añaden 2 gotas de anaranjado de metilo y se neutraliza con hidróxido de amonio. Se agrega solución de ácido clorhídrico 6N, gota a gota con agitación, hasta que la solución sea ligeramente ácida. Luego se añade un exceso de 8,2 ml para obtener una concentración final de ácido clorhídrico de aproximadamente 3%. Si la muestra contiene menos de 100 μ g Fe se añaden 2 ml de la solución saturada de fluoruro de sodio y 1 ml de la solución de hierro.

5.6 Se transfiere la solución al embudo de separación y se diluye a 50 ml con agua. Se añaden 4 ml de la solución de tiocianato de potasio al 20%, se mezcla y se añaden 1,5 ml de la solución de cloruro estannoso al 20%. Se mezcla nuevamente y desde una bureta o pipeta se añaden exactamente 15 ml de alcohol isoamílico. Se tapa el embudo de separación, se agita vigorosamente durante 1 min, se dejan separar las fases y se descarta la fase acuosa. La extracción debe efectuarse inmediatamente ya que el complejo coloreado es algo inestable en solución acuosa.

5.7 Se añaden 25 ml de la solución acuosa de cloruro estannoso al 0,8%, se agita suavemente durante 15 seg, se dejan separar las fases y se descarta la fase acuosa.

5.8 Se transfiere la solución de alcohol isoamílico a un tubo de centrifuga y se centrifuga a 2000 rpm durante 5 min, para eliminar cualquier exceso de agua. Si la capa de alcohol no es clara se vuelve a centrifugar. Si la lectura de la absorbancia no puede ser hecha inmediatamente se tapan los tubos para prevenir evaporación.

5.9 Se lee la absorbancia de la solución a 465 nm y se corrige la lectura con un blanco de alcohol isoamílico.

5.10 CURVA PATRON

5.10.1 En vasos de precipitado de 200 ml se colocan alícuotas de la solución de trabajo que contenga 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30 y 35 μ gMo respectivamente y se someten al procedimiento descrito para la muestra, a partir del punto 5.3, comenzando con la digestión con ácido nítrico y ácido perclórico.

5.10.2 Con las lecturas de absorbancia obtenidas se construye la curva patrón.

6 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

El contenido de molibdeno en la muestra se expresa en microgramos por gramo y se calcula como sigue:
$$M = \frac{C}{m}$$

Donde: M = Contenido de molibdeno en la muestra, en microgramos por gramo.

C = Microgramos de molibdeno, determinados a partir de la curva patrón.

m = Masa de la muestra, en gramos.

7 INFORME

Deberán 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. 13 th. edition. Washington D.C. pág. 37 y 38.



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