

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3218:1996**

**ALIMENTOS.
DETERMINACIÓN
DE LA GRASA LIBRE.**



COVENIN
3218:1996

NORMA
VENEZOLANA

PROLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN), creada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la COVENIN constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma fue elaborada bajo los lineamientos del Comité Técnico de Normalización **CT10: Productos Alimenticios**, por el Subcomité Técnico **SC4: Productos lácteos y derivados** y aprobada por la COVENIN en su reunión **No. 141** de fecha **14/08/96**.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades.

Ministerio de Sanidad y Asistencia Social, Instituto Nacional de Nutrición, Instituto Nacional de Higiene, ILAPECA, Nestlé Venezuela, S.A. y PARMALAT.



NORMA VENEZOLANA
ALIMENTOS.
DETERMINACIÓN DE LA GRASA LIBRE

COVENIN
3218:1996

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana describe dos métodos para determinar grasa libre, mediante extracción con solventes orgánicos, en leche en polvo completa y parcialmente descremada, con o sin adición de carbohidratos y en otros productos en polvo.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta norma es completa.

3 MÉTODO 1. EXTRACCIÓN CON TETRACLORURO DE CARBONO

3.1 Principio

Este método se basa en la extracción de la grasa superficial de las partículas de leche en polvo, con un solvente orgánico posterior evaporación del mismo, y por último estimación del residuo.

3.2 Aparatos

3.2.1 Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg.

3.2.2 Embudo para polvo

3.2.3 Matraz erlenmeyer de 250 ml, con tapa de vidrio esmerilada.

3.2.4 Pipetas de 25 y 50 ml.

3.2.5 Agitador mecánico

3.2.6 Papel filtro Selecta 572 1/2 o equivalente

3.2.7 Plancha de calentamiento con termostato

3.2.8 Matraz erlenmeyer de 125 ml.

3.2.9 Horno de secado con termostato

3.2.10 Desecador con un material absorbente de agua, por ejemplo silicagel

3.2.11 Cronómetro

3.3 Reactivo

3.3.1 Tetracloruro de Carbono de grado analítico.

3.4 Procedimiento

3.4.1 Colocar en una estufa a 105 °C por una hora, una fiola de 125 ml que contenga algunas perlas de vidrio. Enfriar en un desecador, pesar y guardar en el desecador.

3.4.2 Pesar con exactitud de 0,1 mg, 10 g de muestras en una fiola con tapa.

3.4.3 Colocar una barra magnética. Empezar a contar el tiempo al añadir 50 ml de tetracloruro de carbono, con una bureta.

3.4.4 Tapar la fiola y accionar el agitador de la plancha magnética.

NOTA 1: El tiempo de agitación es contado desde el momento en que el solvente entra en contacto con el polvo, hasta que comience la filtración.

NOTA 2: Es importante controlar la velocidad de agitación para evitar que el contenido de la fiola salpique las paredes por encima de la línea media.

3.4.5 Después de la extracción por 15 minutos, filtrar inmediatamente con papel Whatman N° 1.0 de la fiola 105 °C.

3.4.6 Medir con una pipeta volumétrica a 25 ml del filtrado y agregarlo a la fiola de 3.4.1.

3.4.7 Evaporar el solvente en un baño de agua hirviendo o en un evaporador rotatorio. Si la evaporación se efectúa en el baño de agua, sumergir la fiola hasta la línea media para facilitar la evaporación.

3.4.8 Secar en la estufa por una hora a 105 °C, enfriar en el desecador por 45 minutos y pesar.

3.4.9 Hacer un blanco de reactivos para corregir el resultado.

3.5 Cálculos

El contenido de grasa libre superficial puede expresarse como porcentaje de polvo (o como porcentaje de la cantidad total de grasa).

$$\% \text{ grasa libre en polvo} = \frac{(a-b) \times 25 \times 2 \times 100}{[25 - (a-b/0,94)] \times p}$$

Donde:

a = peso del residuo después de la evaporación del solvente.

b = peso del residuo de la evaporación en el ensayo en blanco.

p = peso de la muestra en gramos.

El resultado se expresa con dos cifras decimales.

3.6 Reproducibilidad

Es $\pm 0,1 \%$

4 MÉTODO 2 (SOXLHLET): EXTRACCIÓN CON ÉTER DE PETRÓLEO

4.1 Principio

Este método se basa en la extracción de la grasa libre en los productos y particularmente de leche en polvo, con éter de petróleo en un tubo de extracción Soxhlet.

4.2 Aparatos

4.2.1 Local antideflagrante Ex.

4.2.1.1 Baño de agua HERAUX P6 Ex..

4.2.1.2 Balanza analítica, con exactitud de 0,1 mg.

4.2.1.3 Estufa HERAUX KT 500 Ex.

4.2.1.4 Otros: ver 4.2.2.4 hasta 4.2.2.7

4.2.2 Si no se dispone local Ex.

Tomar todas las medidas de seguridad necesaria durante el empleo de solventes inflamables; no trabajar cerca de una llama ni de un cuerpo incandescente; el local debe estar bien ventilado.

4.2.2.1 Baño de agua.

4.2.2.2 Balanza analítica, con exactitud de 0,1 mg.

4.2.2.3 Estufa

4.2.2.4 Matraz fondo plano, 250 ml.

4.2.2.5 Cartuchos de extracción N° 603,33/94 mm.

4.2.2.6 Refrigerantes con extractor de TWISSELMANN, RN 45/40

4.2.2.7 Tubo de extracción, RN 29/32 macho, RN 45/40 hembra, 150 ml.

4.3 Reactivo

Éter de petróleo para análisis, punto de ebullición: 40 - 60 °C.

4.4 Procedimiento

Para el equipo y su montaje, ver anexo A

4.4.1 Secar un matraz de 250 ml con fondo plano, que contenga 2 perlas de vidrio, durante 1 hora en una estufa a 102 ± 2 °C.

4.4.2 Enfriar el matraz en un desecador durante 45 minutos y pesar con exactitud de 0,1 mg.

4.4.3 En un cartucho de extracción N° 603 desgrasado, pesar con exactitud de 0,1 mg., 20 g de producto. Cubrir la muestra con algodón desgrasado.

4.4.4 Introducir el cartucho en un tubo de extracción SOXLHLET y colocar sobre el matraz en el cual se han introducido 150 ml de éter de petróleo.

4.4.5 Colocar todo ello en un baño de agua.

4.4.6 Colocar un refrigerante de TWISSELMANN sobre el tubo de extracción SOXLHLET. Hacer circular el agua de refrigeración y dejar abierto el grifo.

4.4.7 Dejar abierto durante 4 horas (aproximadamente 6 extracciones por hora ó 4 - 6 gotas / s.).

4.4.8 Evaporar el éter.

NOTA 3: El solvente recuperado en el refrigerante o en el evaporador rotatorio, puede utilizarse para posteriores extracciones.

4.4.9 Secar el matraz en una estufa a 102 ± 2 °C durante 1 hora.

4.4.10 Retirar el matraz de la estufa, dejar enfriar en un desecador durante 45 minutos y pesar con exactitud de 0,1 mg.

4.5 Duración de una determinación

Tiempo total: 9 horas
Tiempo de trabajo: Aproximadamente 20 minutos

4.6 Cálculos

El contenido en grasa libre, expresado en % g/g de producto, es igual a:

$$\% \text{ grasa libre} = \frac{(b - a) \times 100}{m}$$

a = peso del matraz (tara), en gramos .

b = peso del matraz con el residuo, en gramos.

m = peso de la toma de ensayo, en gramos.

4.7 Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas por el mismo analista, sobre la misma muestra

para ensayo, simultáneamente o inmediatamente una tras otra, utilizando el mismo material, no debe exceder 0,5 g de grasa por 100 g de muestra para ensayo.

5 Informe

El informe deberá contener lo siguiente:

5.1 Fecha del ensayo

5.2 Identificación completa de la muestra

5.3 Resultado del análisis realizado

5.4 Número y título de la Norma Venezolana COVENIN consultada.

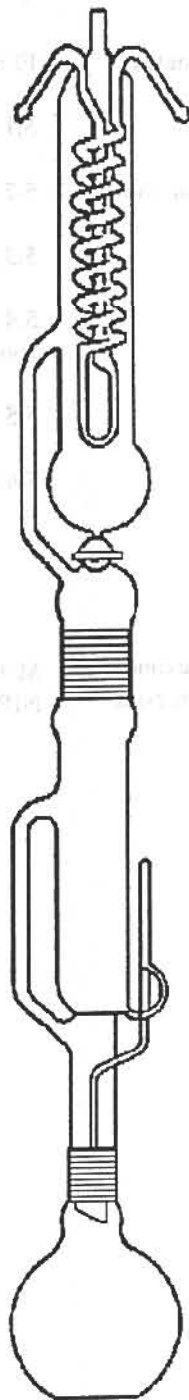
5.5 Nombre del analista

5.6 Observaciones.

BIBLIOGRAFÍA

Métodos de Análisis para productos lácteos en polvo. A/S NIRO ATOMIZER. Dinamarca 1978.

ANEXO
APARATO DE EXTRACCIÓN



COVENIN
3218:1996

CATEGORIA
B

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:



ICS: 67.200.10

ISBN: 980-06-1676-4

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

Descriptores: Grasas, determinación, leche en polvo.