

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
369-82**

**LECHE Y SUS DERIVADOS.
DETERMINACION DE CLORUROS.**

(1^{ra}. REVISION)



PROLOGO

La presente norma sustituye a la Norma COVENIN 369-76 Leche y sus derivados. Determinación de cloruros del año 1976.

TRAMITE

COMITE: CT10 ALIMENTOS

PRÉSIDENTE: Dr. HORACIO ROSALES

SECRETARIA: Ing. MILAGROS DIAZ

SUBCOMITE: CT10/SC4 LECHE Y PRODUCTOS DERIVADOS

COORDINADORA: Lic. OMAIRA GUAITA

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTES

MINISTERIO DE SANIDAD Y ASISTENCIA
SOCIAL - DHA

Antonio Romero

Erasmó Marcano

Horacio Rosales

MINISTERIO DE AGRICULTURA Y CRÍA

Marisol Castillo

CAMARA VENEZOLANA DE LA INDUSTRIA
DE ALIMENTOS (CAVIDEA)

Manuel Cole Páez

INDUSTRIA LACTEA VENEZOLANA (INDULAC)

Gladys Méndez

Laura Morillo

María Cristina Polanco

INDUSTRIA LACTEA TORONDOY C.A.

Juan Luis Pérez Quintero

Chislane Straziota

PRODUCTOS LACTEOS DE LARA C.A.
(PROLACA)

Ramón Méndez

ESPECIALIDADES ALIMENTICIAS S.A.
(ESPALSA)

María del Carmen Martín

Rosmarie de Boer

Peter Robl

UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR

José Luis Vidaurreta

INDUSTRIAS SABANA

Lina Poleo

INDUSTRIAS LACTEAS DE PERIJA C.A.
(ILAPECA)

Ricardo Rueda

INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE

Malín Alcalá

Gladys Villalba de Anderson

Milagros Polanco

MINISTERIO DE FOMENTO

Edy Luz Simancas P.

SUPERINTENDENCIA DE PROTECCION AL CONSUMIDOR

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA

FACULTAD DE AGRONOMIA

FACULTAD DE CIENCIAS

José Ramón Cegarra B.

Gonzalo Luna

PROCAFE DE VENEZUELA

José Manuel García

INSTITUTO NACIONAL DE NUTRICION

José Félix Chávez

DISCUSION PUBLICA:

Fecha de envío: 07-07-82

Duración: 45 Días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 19-10-82

FECHA DE APROBACION POR COVENIN: 07-12-82

NORMA VENEZOLANA
LECHE Y SUS DERIVADOS.
DETERMINACION DE CLORUROS

COVENIN
369-82
(1^{ra} revisión)

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 938(R) Leche y sus derivados. Métodos para la toma de muestras de leche y productos lácteos.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma establece los métodos de ensayo para la determinación del contenido de cloruros en productos lácteos.

3 METODOS DE ENSAYO

3.1 METODO VOLUMETRICO

3.1.1 Resumen del ensayo.

Este método se basa en determinar el contenido de cloruros por retroceso, para lo cual se añade a la muestra ácido nítrico y solución de nitrato de plata y luego se valora el exceso de Nitrato de plata con solución de Tiocianato de amonio.

3.1.2 Equipo de ensayo.

3.1.2.1 Pipetas aforadas de 25 ml.

3.1.2.2 Matraz aforado de 100 ml.

3.1.2.3 Pipetas graduadas, de 5 ml.

3.1.2.4 Cilindro graduado, de 100 ml.

3.1.2.5 Bureta graduada, de 50 ml con divisiones de 0,05 ml o de 0,1 ml.

3.1.2.6 Embudos de filtración.

3.1.2.7 Papel de filtro, de filtración rápida.

3.1.2.8 Baño-María.

3.1.3 Reactivos.

3.1.3.1 Acido nítrico concentrado (HNO_3) ($d=1,40$ g/ml), para análisis.

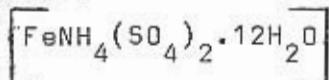
3.1.3.2 Nitrato de plata (AgNO_3), para análisis.

3.1.3.2.1 Solución de nitrato de plata (0,1 N).

3.1.3.3. Tiocianato de amonio (NH_4SCN), para análisis.

3.1.3.3.1 Solución de tiocianato de amonio (0,1 N).

3.1.3.4 Sulfato doble de hierro y amonio dodecahidratado



3.1.3.4.1 Solución indicadora de alumbre férrico al 8%. Se disuelven 8 g de sulfato doble de hierro y amonio (3.1.3.4) en agua destilada y se lleva a volumen en un matraz aforado de 100 ml.

3.1.4 Procedimiento.

3.1.4.1 La preparación de la muestra se hará según lo indicado en cada norma individual de producto.

3.1.4.2 Se miden exactamente 25 ml de la muestra preparada y se vierten en un matraz volumétrico de 100 ml.

3.1.4.3 Se añaden 5 ml de HNO_3 (3.1.3.1).

3.1.4.4 Se añaden 25 ml de solución de nitrato de plata (3.1.3.2.1)

3.1.4.5 Se completa con agua destilada hasta la señal de aforo. Se filtra y se transfieren 50 ml del filtrado a un recipiente para la titulación.

3.1.4.6 Se valora el exceso de nitrato de plata con solución de tiocianato de amonio (3.1.3.3.1) empleando como indicador 2 ml de solución de alumbre férrico (3.1.3.4.1).

3.1.5 Expresión de los resultados.

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

$$\frac{\text{mg Cl}}{100 \text{ ml de la muestra}} = \frac{(V_1 \times N_1 - V_2 \times N_2) \times 35,46 \times 100 \times 100}{V \times 50}$$

Donde:

V_1 = volumen de solución de nitrato de plata 0,1 N, en mililitros.

N_1 = normalidad de la solución de nitrato de plata.

V_2 = volumen de solución de tiocianato de amonio 0,1 N consumido en la titulación, en mililitros.

N_2 = normalidad de la solución de tiocianato de amonio.

V = volumen de muestra, en mililitros.

3.2 METODO POTENCIOMETRICO

3.2.1 Resumen del ensayo.

Este método permite determinar el contenido de cloruros expresados como cloruro de sodio en productos lácteos que contienen más de 0,1% de cloruros y se basa en la titulación potenciométrica con nitrato de plata en presencia de ácido nítrico, para evitar interferencias.

3.2.2 Equipo de ensayo.

3.2.2.1 Balanza analítica con apreciación de 0,1 mg.

3.2.2.2 Potenciómetro (Ver anexo A).

3.2.2.3 Vaso de precipitados, de 100 ml.

3.2.2.4 Matraces aforados de 500 ml.

3.2.2.5 Pipetas aforadas , de 25 ml y 50 ml.

3.2.2.6 Pipeta graduada, de 10 ml.

3.2.2.7 Frasco ámbar.

3.2.3 Reactivos

3.2.3.1 Acido nítrico concentrado (HNO_3 , $d=1,40$ g/ml), para analisis

3.2.3.2 Cloruro de sodio (NaCl), para análisis.

3.2.3.2.1 Solución de cloruro de sodio, que contenga 5,844 g de cloruro de sodio seco por litro.

3.2.3.3 Nitrato de plata (AgNO_3), para análisis.

3.2.3.3.1 Solución de nitrato de plata 0,1 N.

Se disuelven 16,989 g de nitrato de plata (3.2.3.3) previamente seco por 1 hora a 100°C y se diluye a 1000 ml con agua destilada. Se valora la solución resultante contra la solución de cloruro de sodio (3.2.3.2.1).

NOTA: Esta solución debe conservarse en un frasco color ámbar.

3.2.3.4 Solución patrón, para la calibración del equipo.

Se mezcla 1 ml de ácido nítrico (3.2.3.1) con 50 ml de agua destilada.

3.2.4 Procedimiento

3.2.4.1 Preparación del equipo.

Se sumerge el electrodo (ver anexo A) en la solución patrón (3.2.3.4), se elige sobre el equipo de medida la zona de MV que permite la lectura del potencial (± 700 MV); esta indicación corresponde al potencial final (0 MV o pH 7).

3.2.4.2 La preparación de la muestra se hará según lo indicado en cada norma individual de producto.

3.2.4.3 Se pesan cuantitativamente 5 g de muestra preparada en un vaso de precipitados de 100 ml (3.2.2.3), se disuelve con agua caliente y se transvasa a un matraz aforado, de 500 ml. (3.2.2.4).

3.2.4.4 Se enfría, se enrasa y se deja reposar durante 30 min.

3.2.4.5 Se toma una alícuota de 50 ml con un mínimo de sedimento y grasa (del centro del matraz).

3.2.4.6 Se añade a la alícuota tomada 1 ml de ácido nítrico (3.2.3.1) y se titula con solución de nitrato de plata (3.2.3.3.1) hasta el potencial final.

3.2.5 Expresión de los resultados

El contenido de cloruros en la muestra, se expresa en porcentaje (p/p) como cloruro de sodio y se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ NaCl} = \frac{A \times 58,44 \times N \times V_0 \times 100}{m \times V_1 \times 1000}$$

Donde:

A = Volumen de solución de nitrato de plata consumido en la titulación, en mililitros.

N = Normalidad de la solución de nitrato de plata.

V₀ = Volumen de la solución de ensayo, en mililitros.

V₁ = Alícuota tomada para la titulación, en mililitros.

m = Masa de la muestra, en gramos.

58,44 = Peso molecular del cloruro de sodio.

NOTA: V₀ y V₁ son descartables si se utiliza toda la toma de ensayo.

4 INFORME

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

4.1 Ensayo realizado según la Norma COVENIN Nº 369

4.2 Fecha en la cual se realizó el ensayo.

4.3 Identificación de la muestra

4.4 Resultados del ensayo

4.5 Observaciones

4.6 Realizado por:

BIBLIOGRAFIA

- Rosell Dos Santos (1952). Métodos Analíticos de Laboratorio Lactológico. Tomo I pág. 299-439.
- U.S.P. 1980 United States Pharmacopea, Volumen XX pág. 764. Washington D.C.
- Willard & Merrit & Dean, Instrumental Methods of Analysis.
- W.S. Brammel, (1971) Collaborative Study of a Potenciometric Titration Method for NaCl in Canned Vegetable Products, J. of A.O.A.C., pág. 54 (1971).
- A.O.A.C. 1980 Official Methods of Analytical Chemists. Washington D.C. sección 32.025.
- Ebel & Parzefall, (1975) Experimentelle Einführung in die Potentiometrie Reprint, Verlag Chemie.

A N E X O - A -

- Potenciómetro con electrodo Methrom EA-246

METODO AUTOMATIZADO CHLORIDE-METER 920

1. Resumen del ensayo

Este método se basa en determinar el contenido de cloruros por el método rápido del CHLORIDE-METER en productos lácteos que contengan menos de 0,1 % en cloruros.

2. Equipo de ensayo

2.1 CHLORIDE METER 920

2.2 Micropipetas, de 100 μ l

2.3 Vasos de precipitados, de 20 ml y 100 ml.

2.4 Matraces aforados, de 100 ml.

2.5 Embudo de filtración, tallo corto.

2.6 Soportes de embudo.

2.7 Balanza analítica, con apreciación de 0,1 mg.

2.8 Agitador.

2.9 Espátula.

2.10 Algodón.

2.11 Electrodo de plata.

3. Reactivos

3.1 Solución buffer de cloruros.

3.2 Solución patrón de cloruros, 100 meq/l.

3.3 Limpiador de plata.

4. Procedimiento

4.1 Manejo del aparato.

4.1.1 Se conecta el cordón en la línea eléctrica apropiada (110 V).

4.1.2 Se pasa el interruptor a la posición "ON".

4.1.3 Los cuatro electrodos deben ser limpiados antes de usarlos.

4.1.3.1 Se saca cada electrodo por vez. Se humedece un paño suave con el pulidor de electrodos de plata y se frota el electrodo hasta que quede -- limpio y brillante. Se debe tener especial cuidado en la limpieza de las puntas. Se reponen y se sumergen en agua destilada insertándolos en los sellos de electrodos hasta el tope, cuidando que queden paralelos.

4.1.3.2 La limpieza del electrodo frontal izquierdo con el pulidor de plata no es necesaria. Durante el uso, éste se deteriora haciéndose poroso, si se limpian pueden quedar restos del pulidor dando como resultado lecturas erróneas.

4.1.3.3 Se llena el vaso de precipitados de 20 ml con 15 ó 17 ml (s) de solución buffer.

4.1.3.4 Se selecciona el volúmen de muestra a utilizar colocando el botón en 100 ó 20 μ l.

4.1.3.5 Se coloca el vaso de precipitados con el buffer en la plataforma, se dejan los electrodos para sumergirlos dentro del vaso. Se presiona el botón "Condition", seguidamente aparecerá en la pantalla la lectura de los miliequivalentes de cloro del buffer. Esta lectura no se toma en cuenta.

4.2 Calibración

4.2.1 Se añade con una micropipeta 100 μ l de la solución patrón de cloruros en el vaso de precipitados con el buffer, sin remover los electrodos. Se presiona el botón "Titrate". Si la lectura no es de 100 meq/l \pm 2 meq/l se añaden otros 100 μ l de la solución patrón. Si estas lecturas no se

reproducen, se calibra el instrumento en el panel posterior izquierdo, dándole vueltas al tornillo en el mismo sentido o en sentido con trario a las agujas de reloj hasta obtener la lectura exacta.

4.3 Determinación

- 4.3.1. La preparación de la muestra se hará según lo indicado en cada norma individual de producto.
- 4.3.2 Se pesan con exactitud alrededor de 10 g de muestra, preparada en un vaso de precipitados de 100 ml.
- 4.3.3 Se pasan cuantitativamente a un matraz aforado de 100 ml utilizando aproximadamente 70 ml de agua destilada a 40°C.
- 4.3.4 Se deja en reposo hasta alcanzar la temperatura ambiente, se agrega agua hasta la señal de aforo y se homogeneiza el contenido del matraz por inversión del mismo.
- 4.3.5 Se filtra a través de algodón y se lee el filtrado en el aparato Chloride Meter 920 (2.1).
- 4.3.6 Las alícuotas de muestra deben ser del mismo volumen que las usadas con la solución patrón.
- 4.3.7 Las muestras se analizan secuencialmente en el mismo vaso de precipitados donde se efectuó la calibración.
- 4.3.8 Se pipetea 100 μ l de la muestra en el vaso de precipitados que contiene la solución tampón.
- 4.3.9 Se presiona el botón "Titrate".
- 4.3.10 Cuando los meq de cloro aparezcan en la pantalla, se lee directamente meq/l.
- 4.3.11 Se presiona el botón "Condition".

- 4.3.12 Se pipetea una nueva muestra o la misma si se quieren obtener lecturas por duplicado, dentro del vaso de precipitados sin remover los electrodos.
- 4.3.13 Se repiten de nuevo los dos pasos anteriores.
- 4.3.14 Se pueden hacer varias determinaciones hasta que aparezca en la pantalla el letrero "Change sol".
Si es necesario leer mas muestras se debe cambiar la solución tampón.
- 4.3.15 Una vez finalizado el análisis, se limpian los electrodos y se dejan sumergidos en un vaso de precipitados con agua destilada.
- 4.3.16 Se pasa el interruptor a la posición "OFF".

5. Expresión de los resultados

El contenido de cloruros en las muestras se lee directamente en el aparato en meq/l y se expresa mediante la siguiente fórmula:

$$\text{meq/l cloruros} = \frac{A \text{ meq} \times 0,0355 \text{ g/meq} \times 0,1 \times 100}{m}$$

Donde:

A = Lectura en el Chloride Meter 920.

m = Masa de la muestra, en gramos.

0,1 = Factor de corrección para expresar en meq/100 ml (el aparato dá lecturas por litros).

NOTA: Para productos como mantequilla y queso, el contenido de cloruros se expresa como NaCl y se usa el factor 0,0585 en lugar de 0,0355.

6 BIBLIOGRAFIA

CORNING Model 920 M CHLORIDE METER
INSTRUCTION MANUAL. Corning Scientific Instruments Medfield,
Massachusetts 02052.

COVENIN
369-82

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:



FONDONORMA

CDU:637.127.6

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