

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
844 - 78**

**ALIMENTOS.
DETERMINACIÓN DE SODIO
Y POTASIO.**



TRAMITE

COMITE: CT10 ALIMENTOS
PRESIDENTE: Dr. Alvaro Llopis
SECRETARIO: Ing. C. Milagros Díaz

SUBCOMITE: CT10/SC1 ALIMENTOS PARA NIÑOS
COORDINADORES: Milagros Díaz
Marisela Seijas

PARTICIPANTES

<u>ENTIDAD</u>	<u>REPRESENTANTES</u>
C.A. VENEZOLANA DE ALIMENTOS	Orlando Guédez
ESPECIALIDADES ALIMENTICIAS S.A. (ESPALSA)	Carmen Yolanda Lara
INDUSTRIAS WYETH S.A.	Carín Soulavy
PRODUCTOS ALIMENTICIOS VENEZOLANOS C.A. (PRALVEN)	María Julia de López
INSTITUTO NACIONAL DE NUTRICION	Merisa Guerra
FACULTAD DE FARMACIA U.C.V.	Fanny de Padilla
FACULTAD DE CIENCIAS U.C.V.	Mary Garcés
ASOCIACION NACIONAL DE INDUSTRIALES DEL CAFE (ANICAF)	Alfredo Centeno

DISCUSION PUBLICA:

Fecha de envío: 22-2-77

Duración: 60 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 30-11-77

FECHA DE APROBACION POR COVENIN: 14-02-78

NORMA VENEZOLANA
ALIMENTOS
DETERMINACIÓN DE SODIO Y
POTASIO

COVENIN
844-78

1 ALCANCE

Esta norma contempla el método de ensayo para la determinación del sodio y del potasio en los alimentos.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta norma es completa.

3 PRINCIPIO DEL ENSAYO

El método se basa en reducir el alimento a cenizas, si es necesario, acidificarlas y diluirlas hasta obtener una concentración de sodio y/o potasio que pueda determinarse en un fotómetro de llama. En casos especiales, la determinación puede efectuarse directamente sobre alimentos líquidos o extractos acuosos. Si hay suficiente potasio presente como para interferir con la determinación del sodio, se añade a los patrones de sodio la cantidad medida de potasio para obtener una curva uniforme corregida en función del potasio.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

- 4.1.1 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg
- 4.1.2 Mechero u homilla de llama regulable.
- 4.1.3 Matraces aforados de 100, 200, 250, 1000 y 2000 ml.
- 4.1.4 Vasos de precipitado de 100, 1500 y 2000 ml.
- 4.1.5 Cápsulas de porcelana, cuarzo o platino de fondo plano.
- 4.1.6 Mufla con regulador de temperatura que permita graduarla entre 525°C a 550°C.
- 4.1.7 Estufa con regulador de temperatura que permita graduarla de 100°C a 110°C.

4.1.8 Baño María

4.1.9 Plancha de calentamiento.

4.1.10 Papel de filtro para filtración rápida y exento de ceniza.

4.1.11 Embudos de vidrio de tallo largo

4.1.12 Botellas de polietileno.

4.1.13 Botellas aforadas de 2 lt.

4.1.14 Mezcladora o licuadora

4.1.15 Fotómetro de llama con filtros de sodio y potasio y el equipo requerido para su funcionamiento, que permita hacer lecturas a longitudes de onda de 589 nm y 768 nm. Se pueden usar aparatos que empleen patrón interno de LiCl. El aparato se utiliza siguiendo las instrucciones del fabricante.

4.2 REACTIVOS

4.2.1 Solución de ácido nítrico (HNO_3) o de ácido clorhídrico (HCl) 0,1N

4.2.2 Cloruro de sodio (NaCl) puro p.a. secado a 100°C durante la noche y guardado en un desecador.

4.2.3 Cloruro de potasio (KCl) puro p.a. secado a 100°C durante la noche y guardado en un desecador.

4.2.4 Carbonato de calcio (CaCO_3) p.a.

4.2.5 Cloruro de litio (LiCl) p.a.

4.2.6 Agua bidestilada

4.2.7 Acido clorhídrico (HCl) al 18%.

4.2.8 Solución de referencia de sodio (1g de Na/litro)

Se pesan 2,5422 g de NaCl (4.2.2), se disuelven en agua bidestilada y se lleva a volumen en un matraz aforado de 1 litro.

4.2.9 Solución intermedia de sodio (100 mg Na/litro)

Se diluyen 100 ml de solución de referencia de sodio (4.2.8) con agua bidestilada hasta un volumen de 1 litro.

4.2.10 Soluciones patrón de sodio

Se diluyen 1, 2, 4, 6, 8 y 10 ml de solución intermedia (4.2.9) hasta 100 ml, para preparar soluciones que contengan 1, 2, 4, 6, 8 y 10 partes por millón de sodio. Se conservan en botellas de polietileno. También pueden prepararse otras soluciones de trabajo según convenga para el aparato concreto que se utilice.

4.2.11 Solución de referencia de potasio (1g K/litro)

Se pesan 1,9068 g de KCl (4.2.3), se disuelven en agua bidestilada y se lleva a volumen en un matraz aforado de 1 litro.

4.2.12 Solución intermedia de potasio (100 mg K/litro)

Se diluyen 100 ml de solución de referencia de potasio (4.2.11) con agua bidestilada hasta un volumen de 1 litro.

4.2.13 Soluciones patrón de potasio

Se diluyen 1, 2, 4, 6, 8 y 10 ml de solución intermedia (4.2.12) hasta obtener 100 ml, para preparar soluciones que contengan 1, 2, 4, 6, 8 y 10 partes por millón de potasio. Se conservan en botellas de polietileno. También pueden prepararse otras soluciones de trabajo, según convenga para el aparato concreto que se utilice.

4.2.14 Soluciones patrón de litio (1,0 g Li/litro)

Se disuelven 6,108 g de LiCl (4.2.5) en agua y se diluye a un litro. Esta solución se utilizará sólo con aparatos que requieran usar un patrón interno.

4.2.15 Cuando los análisis se hacen con intervalo de más de 1 semana, se recomienda utilizar soluciones recientemente preparadas.

NOTA: Todo el material debe lavarse con ácido clorhídrico al 18% y luego enjuagarse con agua bidestilada.

5 MATERIAL A ENSAYAR

El material a ensayar consiste en una muestra representativa del alimento. La cantidad de muestra recomendada es la siguiente:

<u>Producto alimenticio</u>	<u>Tamaño de la muestra</u>
Levadura.....	2,5 g
Cerveza.....	50,0 ml
Bebidas y concentrados	5 - 10 g
Pan.....	2 g
Mantequilla, queso, helados.....	3 - 5 g
Productos a base de cacao (productos exentos de agua, azúcar y grasas)	1 g
Productos a base de cereales, harinas.....	3 - 5 g
Café, Té, mosto de cerveza.....	5 - 10 g
Huevos y productos a base de huevos.....	5 g
Pescado y productos marinos.....	4 g
Aromatizantes.....	10 ml
Gelatina y postres.....	2,5 g
Cereales.....	5 - 10 g
Alimentos pobres en sodio.....	10 g
Carne y productos cárnicos.....	2 - 3 g
Leche y productos lácteos líquidos (nata, leche evaporada, leche condensada edulcorada).....	5 g
Leche en polvo.....	5 - 10 g
Nueces y productos derivados.....	2 - 3 g
Aceites y grasas.....	5 g
Plantas.....	5 - 10 g
Jarabes, azúcares.....	5 - 10 g
Especias.....	2 g
Productos vegetales elaborados.....	2 - 3 g

6 PROCEDIMIENTO

6.1 PREPARACION DE LA MUESTRA

6.1.1 Determinación directa

6.1.1.1 Para vinos, aguas minerales, etc.

Se diluye la muestra con agua, si es necesario, para reducir la concentración de sodio y/o potasio a la gama abarcada por el fotómetro de llama.

6.1.1.2 Para leches.

En un vaso de precipitado de 100 ml, se pesan con exactitud 5 g de muestra, se disuelve con agua bidestilada. Se transvasa a un matraz aforado de 1000 ml y se eleva a volumen con agua bidestilada a 20°C. Se toman 25 ó 50 ml de la solución (dependiendo del contenido de sodio y potasio) y se transvasa a un matraz aforado de 250 ml, se lleva a volumen con agua bidestilada a 20°C y la muestra está lista para el análisis en el fotómetro.

6.1.2 Filtrado acuoso

6.1.2.1 Para frutas y productos a base de fruta

Se pesan 300 g de fruta fresca o una cantidad equivalente de fruta seca, fruta en conserva, zumo de fruta, conservas, mermeladas, etc., triturada o mezclada en un mezclador o triturador mecánico, y se vierte en un vaso de precipitado de 1500 ó 2000 ml.

6.1.2.2 Se añaden unos 800 ml de agua y se hierve durante una hora, sustituyendo a intervalos el agua perdida por evaporación.

6.1.2.3 Se transfiere a un matraz aforado de 2 lt, se diluye hasta la línea de aforo y se filtra. Se utiliza el filtrado para la determinación (pueden utilizarse cantidades proporcionalmente menores).

6.1.3 Solución ácida de cenizas (para otros alimentos) se puede obtener de dos maneras:

6.1.3.1 Se incinera a 525 - 550°C la cantidad indicada de la muestra (5) en una cápsula de porcelana, cuarzo o platino (4.1.5) hasta que las cenizas estén exentas de carbono. Se disuelven las cenizas con HNO_3 o HCl 0,1N, se filtran y se vierten en un matraz aforado de 200 ml, se enjuaga, se lava la cápsula, y se filtra hasta completar el volumen.

6.1.3.2 Se incinera la muestra indicada a 525 - 550°C durante 1 - 2 h, se disuelven las cenizas en 50 ml de HNO_3 o HCl 0,1N, se filtran y se lavan con el ácido 0,1N hasta obtener unos 100 ml. Se coloca de nuevo el papel y el carbono no quemado en la cápsula a incinerar de nuevo hasta que quede exento de carbono. Se disuelven las cenizas restantes en unos 50 ml del ácido 0,1N y se filtra sobre el filtro conservado de antes, lavando con el ácido hasta obtener un volumen final de 200 ml.

6.1.4 Tratamientos especiales de incineración

6.1.4.1 Productos secos.

Se humedecen con pocas gotas de agua y se distribuyen los sólidos uniformemente sobre el fondo de la cápsula. Se secan en baño de vapor y se coloca la cápsula en la entrada de la mufla de modo que la muestra arda en rescoldo sin llama. Se incinera como se indica en 6.1.3.1.

6.1.4.2 Aceites y productos ricos en grasa

Se utilizan primero bajas temperaturas para que la grasa se vaya en humo, sin quemarse; luego se aumenta la temperatura hasta el valor especificado.

6.1.4.3 Productos ricos en azúcar

Se calienta la muestra en baño de vapor o bajo lámpara de rayos infrarrojos hasta que desaparezca el agua y el material empiece a chamuscarse. Se añaden algunas gotas de aceite puro de oliva a las muestras, para evitar salpicaduras. Se sigue calentando bajo lámpara infrarroja hasta que se detenga el aumento de volumen de la muestra como consecuencia del calentamiento. Se coloca en la mufla a la temperatura indicada.

6.2 DETERMINACION

6.2.1 De sodio en ausencia de cantidades de potasio que puedan interferir.

6.2.1.1 Se diluye la solución de la muestra, si es necesario, para reducir la concentración de sodio a la gama abarcada por el fotómetro de llama (preferiblemente 4 - 10 ppm).

6.2.1.2 Se calibra el fotómetro con agua destilada y solución patrón (de sodio o potasio con sus filtros respectivos) de acuerdo a las instrucciones del fabricante hasta que el 0 y 100 de la escala sean estables.

6.2.1.3 Se aspira la solución directamente hacia la llama y se toma nota de la lectura obtenida.

6.2.1.4 Cuando se analicen series de muestra, debe incluirse al menos, una solución patrón a intervalos convenientes, para controlar la estabilidad del instrumento.

6.2.1.5 Si se utiliza un aparato de patrón interno, se añade a todas las muestras y a las soluciones de trabajo la cantidad adecuada de solución patrón de litio - - - (4.2.14) indicada en las instrucciones, antes de diluir hasta obtener el volumen final.

6.2.2. De potasio

Se diluye la solución de muestra, en caso necesario, para reducir la concentración de potasio a la gama abarcada por el fotómetro de llama. Se procede como en - - 6.2.1 utilizando la longitud de onda adecuada.

6.2.3 De sodio en presencia de cantidades de potasio que puedan interferir

6.2.3.1 Se hace la determinación de sodio y potasio como se indica en 6.2.1 y 6.2.2.

6.2.3.2 Se repite la determinación de sodio utilizando una nueva serie de soluciones de trabajo de sodio que contengan 1 - 10 ppm de sodio y la concentración de potasio indicada en 6.2.2.

6.2.3.3 Se determina la concentración de sodio utilizando las soluciones patrón de sodio-potasio.

6.2.4 Caso especial: cuando hay presente calcio suficiente para interferir en la determinación.

6.2.4.1 En los casos en los que la concentración de calcio es suficiente para influir en la determinación de sodio y/o potasio, se determina la cantidad de calcio presente igual que en el caso del potasio 6.2.2, utilizando una longitud de onda de 423 nm y una solución patrón de calcio (1 g Ca/l) convenientemente diluida, preparada con 2,50 g de CaCO_3 disueltos en una cantidad ligeramente superior de HCl diluido hasta obtener 1 litro.

6.2.4.2 Se repite la determinación del sodio (o potasio) como en 6.2.3, pero añadiendo la cantidad equivalente de solución patrón de calcio a la solución patrón de sodio (o de potasio). No es necesario con equipos de llama, que poseen sistema monocromador (rejilla o prisma de difracción).

6.3 CURVAS PATRON

6.3.1 A partir de las soluciones patrón de sodio y de potasio (4.2.10 y 4.2.13) se sigue el procedimiento descrito en 6.2.1.2 y 6.2.1.3 .

6.3.2 Con los valores de las lecturas obtenidas y su concentración correspondiente se construyen las curvas patrón respectivas (para sodio y para potasio), representando gráficamente lecturas contra concentración (mg/ml).

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 Utilizando la curva patrón y el valor de la lectura obtenido para la muestra, se determina el contenido de sodio o de potasio mediante las siguientes expresiones:

$$\text{mg Na/100 g muestra} = \frac{A \times f}{p} \times 100$$

$$\text{mg K/100 g muestra} = \frac{B \times f}{p} \times 100$$

Donde:

A = concentración de sodio en la muestra, determinado según la curva patrón.

B = concentración de potasio en la muestra, determinado según la curva patrón.

f = grado de dilución a que se llevó la muestra.

p = peso de la muestra, en gramos.

8 RELACION CON OTRAS NORMAS

CAC ALINORM 74/23 APENDICE IV (Comisión del Codex Alimentarius).

COVENIN
844 - 78

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



CDU: 641 : 543. 42 :
546. 32 : 33.

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