

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
940-82**

**LECHE FLUIDA
DETERMINACION DEL PUNTO
CRIOSCOPICO**

(1^{ra.} REVISION)



PROLOGO

La presente norma sustituye a la Norma COVENIN 940-77 Leche y sus derivados. Determinación del punto crioscópico del año 77.

TRAMITE

COMITE: CT10 ALIMENTOS

PRESIDENTE: Dr. Horacio Rosales

SECRETARIA: Ing. Milagros Díaz

SUBCOMITE: SC4 LECHE Y PRODUCTOS DERIVADOS

COORDINADORA: Lic. Omaira Guaita

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTES

MINISTERIO DE AGRICULTURA Y CRIA

Marisol Castillo

Elsa Milagros Key

MINISTERIO DE SANIDAD Y ASISTENCIA.

Horacio Rosales

SOCIAL - DHA

Antonio Romero

INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE

Malín Alcalá

" RAFAEL RANGEL "

Gladys Villalba de Anderson

Manuela Rios de Selgrad

María Luisa Novoa

INDUSTRIA LACTEA VENEZOLANA. C.A.

Gladys Méndez

(INDULAC)

Laura Morillo

ESPECIALIDADES ALIMENTICIAS S.A

María del Carmen Martínez

(ESPALSA)

Rosmarie de Boer

INDUSTRIAS SABANA

Lina Poleo

PRODUCTOS LACTEOS DE LARA C.A.

Ramón Méndez

(PROLACA)

PRODUCTOS LACTEOS FLOR DE ARAGUA

Ramón Méndez

INSTITUTO NACIONAL DE NUTRICION

José Félix Chávez

CAMARA VENEZOLANA DE LA INDUSTRIA

Manuel Cols Páez

DE ALIMENTOS (CAVIDEA)

ASOCIACION DE INDUSTRIALES DE LA CARNE

Emigdio Rojas

(AICAR)

ACEITES " EL AGUILA "

Joaquín Meneses

ORMAECHEA HNOS C.A

María Cristina de Martínez

UNIVERSIDAD SIMÓN BOLÍVAR

José Luis Vidaurreta

BRANCA

Idda Pérez Rojas

ALIMENTOS LÁCTEOS C.A. (ALACA)

Carlos Bocaranda

ALFONZO RIVAS Y CIA.

Irma Herrera

ASOCIACION DE FABRICANTES DE ALIMENTOS

Javier Ferradas

CONCENTRADOS PARA ANIMALES (AFACA)

DICUSION PUBLICA:

FECHA DE ENVIO: 15-09-81

DURACION: 45 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 19-08-82

FECHA DE APROBACION POR COVENIN: 14-10-82

NORMA VENEZOLANA

COVENIN

LECHE FLUIDA

940-82

DETERMINACION DEL PUNTO CRIOSCOPICO

1^{era} Revisión

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 938(R) LECHE Y SUS DERIVADOS. METODOS PARA LA TOMA DE MUESTRAS DE LECHE Y PRODUCTOS LACTEOS.

COVENIN 658(R) LECHE Y SUS DERIVADOS. DETERMINACION DE LA ACIDEZ TITULABLE.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma contempla el método de ensayo para la determinación del punto crioscópico en leches fluidas.

3 DEFINICIONES Y TERMINOLOGIA

3.1 PUNTO CRIOSCOPICO

Es el punto de congelación de un líquido puro o de una solución.

3.2 CRIOSCOPIA

Es la determinación del punto de congelación de un líquido o de una solución.

3.3 DESCENSO DEL PUNTO CRIOSCOPICO

Es el descenso que ocurre en el punto de congelación de un líquido puro o de una solución cuando se disuelve en él un soluto cualquiera. Por lo tanto es igual a la diferencia entre el punto de congelación del disolvente puro y el de la disolución.

3.4 CRIOSCOPIO

Es un aparato que permite determinar el punto de congelación de un líquido.

4 PRINCIPIO DEL ENSAYO

La determinación del punto crioscópico se basa en el hecho de que las sustancias disueltas en un líquido puro provocan un descenso del punto de congelación, el cual es directamente proporcional a la concentración del soluto e inversamente proporcional a su peso molecular.

La variación del punto de congelación de un líquido o solución indica la adición de sustancias solubles o la dilución del mismo.

En el caso de la leche, su dilución con agua hace que su punto de congelación ($-0,540^{\circ}\text{C}$ - $0,570^{\circ}\text{C}$) tienda hacia 0°C ; en cambio, la adición de sales u otras sustancias solubles, provoca un mayor descenso del punto de congelación.

5 EQUIPO DE ENSAYO

5.1 CRISCOPIO ADVANCED (1), el cual consta de los siguientes elementos:

5.1.1 Baño refrigerante con termostato, Para permitir un rápido ajuste de la muestra a temperaturas cercanas a la congelación. La temperatura del baño de enfriamiento debe ser de -7°C ó $-8^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

(1) Este equipo es el recomendado en caso de arbitraje. Cada empresa es libre de adquirir cualquier otra marca comercial.

5.1.2 Cabezal, es una pieza que consta de:

5.1.2.1 Agitador

5.1.2.2 Punta sensora (resistencia térmica o termistor)

5.1.3 Unidad de medición (galvanómetro)

5.1.4 Control automático de superenfriamiento, el cual consta de:

- a) Botones de calibración A y B.
- b) Batería
- c) Controles de amplitud (Y) y tiempo (X)

- d) Cuadrante de medición, calibrado en miligrados Horvet (0,001 gH) donde se lee el valor del punto crisocópico cuando el galvanómetro es anulado por la rotación del cuadrante.

5.1.5 Controles de operación

5.1.5.1 Control rotatorio digital donde el punto de congelación puede medirse en números.

5.1.5.2 Selector de operación, constituido por cuatro botones de medición ubicados en la parte derecha del aparato y señalados con los números 3,4,5 y 6.

5.1.6 Condiciones de funcionamiento

Periódicamente, (cada dos semanas como mínimo) debe verificarse lo siguiente:

- a) Calibración, utilizando soluciones patrón.
 - b) Posición del termistor: una marca negra en la punta, deberá estar cerca del centro de 2 ml de muestra (en el centro de la curvatura del tubo aproximadamente).
 - c) Temperatura del baño refrigerante (margen normal: -4 a 7°C).
 - d) Nivel del baño: la muestra debe quedar completamente sumergida durante el enfriamiento rápido.
 - e) Movimiento del agitador y del congelador-vibrador.
- Estos factores deben ajustarse, para que la muestra se enfríe gradual y rápidamente hasta por debajo de cero.

5.1.7 Tubos de ensayo sin borde, de 16 x 100 mm.

5.1.8 Tapones de goma o de otro tipo para cada tubo, para prevenir la evaporación o contaminación del contenido.

5.1.9 Gradillas metálicas para mantener los tubos en posición vertical.

5.1.10 Pipetas de 2 ml, limpias y secas.

5.1.11 Papel suave, para limpiar la punta sensora.

6 REACTIVOS

6.1 SACAROSA, de grado analítico

6.2 AGUA DESTILADA

6.3 SOLUCION DE SACAROSA, al 7%, la cual se prepara disolviendo 7g de sacarosa en agua destilada y se lleva hasta un volumen de 100ml. El punto crioscópico de ésta solución debe ser $-0,422^{\circ}\text{C}$.

6.4 SOLUCION DE SACAROSA, al 10%, la cual se prepara disolviendo 10g de sacarosa en agua destilada y se lleva hasta un volumen de 100ml. El punto crioscópico de esta solución debe ser de $-0,621^{\circ}\text{C}$.

6.5 OTRAS SOLUCIONES, equivalentes a las de sacarosa, son:

6.5.1 Solución de cloruro de sodio (NaCl) al 7%, preparada con 0,6892 g de cloruro de sodio en 100 ml de agua destilada.

6.5.2 Solución de cloruro de sodio, (NaCl) al 10%, preparada con 1,0206 g de NaCl en 100 ml de agua destilada.

7 CONDICIONES DEL ENSAYO

7.1 El desarrollo de acidez en una muestra de leche, provoca un incremento en el descenso del punto crioscópico, lo cual podría encubrir parcial o completamente, el efecto contrario producido cuando se añade agua a la leche (disminución del descenso del punto crioscópico). Por lo tanto es importante determinar lo más pronto posible el punto de congelación de la leche y su acidez titulable según la norma COVENIN 658.

NOTA: Las soluciones de sacarosa para calibrar el crioscopio, no deben refrigerarse.

7.2 Cuando la acidez es superior de 33ml de NaOH 0,1N/100ml de leche, no debe efectuarse esta determinación.

B PROCEDIMIENTO

8.1 CALIBRACION DEL CRIOSCOPIO

8.1.1 Se ajusta el dial, con la solución de sacarosa al 7% (-0,422°C).

- a) Se quita el seguro al calibrador A, todo a la derecha.
- b) Se quita el seguro al calibrador B, todo a la izquierda.
- c) Se coloca el dial en 0,422.
- d) Se coloca el patrón y se procede a lectura.
- e) En caso de que el centro de la esfera luminosa no coincida con el cero de la escala del galvanómetro, se ajusta el calibrador hasta que coincida. Estas operaciones deben repetirse en tres muestras del patrón.
- f) Se determina el punto de congelación de la solución.

8.1.2 Probablemente no es necesario calibrar el instrumento con mucha frecuencia. La recalibración completa o elaboración será necesaria solamente cuando el termistor se dañe o haya que reemplazarlo por uno nuevo.

8.2 PREPARACION DE LA MUESTRA

8.2.1 El material a ensayar consiste en una muestra de leche fluida la cual será tomada según la norma COVENIN 938.

8.2.2 Se lleva la muestra a una temperatura aproximadamente de 20°C, se mezcla hasta que este homogénea, vertiéndola repetidas veces de un recipiente a otro.

NOTA: Cuando se ajusta el calibrador B es necesario verificar el instrumento con la solución de sacarosa al 7%, debido a que los dos controles interaccionan entre sí.

8.2.3 Si se forman grumos de crema y éstos no se dispersan se calienta la muestra en baño maría a 38°C, aproximadamente y se mezcla hasta que esté homogénea; si es necesario se usa un policia para reincorporar cualquier partícula de crema aherida al recipiente o

al tapón.

8.2.4 Se enfría la muestra y se deja en reposo durante 30 minutos en un ambiente a 15°C a fin de permitir el desprendimiento de las burbujas de aire y la estabilización de la temperatura; se agita luego suavemente, evitando reincorporación de aire en la leche.

8.2.5 Preferiblemente la muestra debe enfriarse a 10°C o menos y mezclarse muy bien antes de efectuar la determinación.

8.3 DETERMINACION

8.3.1 Con una pipeta se transfieren 2 ml de la muestra a un tubo de vidrio y ésta se coloca en el cabezal.

8.3.2 Se ajusta el botón rotatorio digital en el punto de congelación esperado.

8.3.3 Se introducen el termistor y el agitador en la muestra, se baja el cabezal y se sumerge la muestra en el baño refrigerante.

8.3.3.1 Se oprime el botón (4) a fin de lograr el cero del aparato; se espera a que transcurran 30 seg y luego se oprime el botón (5) y se hace la lectura.

8.3.4 Pueden ocurrir dos cosas:

8.3.4.1 Si el centro de la esfera se mueve hacia la izquierda, se ajusta el cero de la escala por medio del dial y se hace la lectura.

8.3.4.2 Si el centro de la esfera se mueve hacia la derecha, se cuentan los milímetros recorridos al estacionarse el centro de la esfera (cada mm corresponde a un 1% de adición de agua). Luego se ajusta nuevamente al cero por medio del dial y se hace la lectura (°C).

8.3.5 Mientras el aparato no se use, debe oprimirse el botón (6). El aparato no debe desconectarse en ningún momento.

9 EXPRESION DE RESULTADOS

9.1 El punto crioscópico de la muestra se expresa en grados centígrados (°C).

9.2 Cuando el punto de congelación está por encima de -0,540°C se calcula el porcentaje de agua agregada mediante la siguiente expresión:

NOTA: Antes de efectuar la lectura en la escala, debe esperarse hasta que el galvanómetro alcanza su máximo movimiento hacia el lado derecho.

$$\% \text{ Agua agregada} = \left(1 - \frac{T'}{T}\right) \times 100$$

Donde:

T = constante determinada para la leche producida en cada región.
Si no se dispone de esta información, deberá usarse el valor
T = - 0,540°C.

T' = punto de congelación de la muestra.

10 INFORME

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

10.1 Ensayo realizado según la Norma COVENIN Nº 940.

10.2 Fecha en la cual se realizó el ensayo.

10.3 Identificación de la muestra.

10.4 Resultados del ensayo.

10.5 Observaciones.

10.6 Realizado por:

BIBLIOGRAFIA

APHA 1972. "standard Methods for the Examination of Dairy Products". 13 Th edition. American Public Health Association, Washington, D.C.

AOAC 1980 Official Methods of Analysis. 13 Th edition Association of Official Analytical Chemists. Washington.

Pág 250 sección 16.099.

COVENIN
940-82

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 :



CDU 637.127.6

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