

**NORMA VENEZOLANA  
ALIMENTOS. DETERMINACIÓN DE  
FLÚOR. MÉTODO VOLUMÉTRICO**

**COVENIN  
2282:2025  
(1ra. Revisión)**

## **1. OBJETO**

Esta norma describe el método de ensayo para la determinación de flúor en alimentos como fosfatos cárnicos, carbonato de calcio, harina de huesos y otros compuestos relacionados.

## **2. ALCANCE**

Esta norma se aplica a la determinación del flúor en alimentos, materia prima, proceso productivo y producto por el método volumétrico.

## **3. REFERENCIAS NORMATIVAS**

Las siguientes normas contienen disposiciones generales utilizadas para la elaboración de la norma o que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta norma; las ediciones indicadas, estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base en ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente:

COVENIN 1155:2017	Alimentos para animales Determinación de cenizas. (1ra. Revisión).
COVENIN 1567:1980	Alimentos para animales. Método de muestreo.
COVENIN 1950:1982	Alimentos. Determinación de flúor.

## **4. MÉTODO DE ENSAYO**

### **4.1. Fundamento del ensayo**

- a) La determinación del flúor es fundamental para validar que se encuentre dentro de los límites de ingesta establecidos, porque un consumo en exceso puede causar problemas de salud.
- b) El método volumétrico descrito en esta norma se basa en la separación del flúor de la muestra por medio de digestión de la materia orgánica y destilación del flúor con arrastre de vapor, recolectado sobre un lecho de hidróxido de sodio con la formación de fluorosilicato de sodio, el cual es valorado con nitrato de torio ( $\text{Th}(\text{NO}_3)_4$ ), hasta el viraje del indicador sulfonato sódico de alizarina a una coloración rosa pálido.
- c) La cuantificación del contenido de flúor se determina a través de una curva de calibración.

### **4.2. Equipos**

- a) Balanza analítica con precisión de 0,000 1 g.
- b) Sistema de destilación por arrastre de vapor.

### **4.3. Materiales**

- a) Bureta de 10 mL y graduada en 0,02 mL.
- b) Matraces aforados de 250 mL, 500 mL y 1 000 mL.
- c) Vasos de precipitado de 200 mL de forma alta.
- d) Pipetas graduadas de 10 mL.

- e) Perlas de vidrio.
- f) Mortero.
- g) Tamiz malla N° 60 de 250 µm (0,25 mm), basadas en las especificaciones de la ASTM E11-24.
- h) Agitadores magnéticos.
- i) Magneto (iman).

#### **4.4. Reactivos y soluciones**

**4.4.1.** Todos los reactivos deben ser de grado analítico y de alta pureza.

**4.4.2.** Las soluciones deben prepararse con agua destilada u otro solvente apropiado, según corresponda.

**4.4.3.** Los reactivos utilizados son los siguientes:

- a) Ácido perclórico concentrado ( $\text{HClO}_4$ ).
- b) Solución de sulfonato sódico de alizarina ( $\text{C}_{14}\text{H}_7\text{NaO}_7\text{S}$ ): diluir 1 g de sulfonato sódico de alizarina con agua destilada y aforar a 1 un litro.
- c) Solución de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) al 5 %: disolver 5 g de hidróxido de sodio en agua destilada y aforar a 100 mL.
- d) Solución hidróxido de sodio al 0,4 N: disolver 1,6 g de hidróxido de sodio en agua destilada y aforar a 100 mL.
- e) Solución indicadora de fenolftaleína ( $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$ ) al 1 %: disolver 1 g de fenolftaleína en 50 mL de etanol y aforar a 100 mL.
- f) Solución de ácido clorhídrico (HCl) al 0,1 N: mezclar 8,28 mL de ácido clorhídrico concentrado al 37 %, en agua destilada y aforar a un 1 litro.
- g) Solución tampón: seguir los siguientes pasos:
  - g.a) Disolver 18,9 g de ácido monocloroacético ( $\text{C}_2\text{H}_3\text{ClO}_2$ ) en 200 mL de agua destilada.
  - g.b) Neutralizar 100 mL de esta solución con solución de hidróxido de sodio al 0,4 N hasta alcanzar una coloración ligeramente rosada por el viraje de la fenolftaleína.
  - g.c) Agregar 100 mL de solución ácida y diluir a 500 mL de nitrato de torio tetrahidratado ( $\text{Th}(\text{NO}_3)_4$ ).
- h) Solución de nitrato de torio al 0,04 N: disolver 5,522 g de nitrato de torio en 1 L de agua destilada.
- i) Solución de fluoruro de sodio ( $\text{NaF}$ ) al 0,04 N: disolver 0,840 g de fluoruro de sodio en 500 mL de agua y usar alícuotas de esta solución para valorar la solución de nitrato de torio.

#### **4.5. Preparación de la muestra**

**4.5.1.** La toma de muestra se debe realizar según lo indicado en la COVENIN 1567.

**4.5.2.** Previo al análisis, la muestra debe estar finamente molida (utilizar el mortero) y exenta de materia orgánica y cloruro de sodio.

**4.5.3.** Para muestras que contengan materia orgánica o cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ ), se debe seguir el siguiente procedimiento:

**4.5.3.1.** Para eliminar la materia orgánica, reducir la muestra a cenizas según lo indicado en la COVENIN 1155.

**4.5.3.2.** Para eliminar el cloruro de sodio, realizar mediante una precipitación con perclorato de plata ( $\text{AgClO}_4$ ) y trabajar con la solución nuevamente.

**4.5.4.** Las muestras sometidas a procesos térmicos, como fosfatos obtenidos a altas temperaturas entre 800 °C a 1000 °C no requieren incineración.

**4.5.5.** Al analizar sales minerales y otros compuestos que contengan materia orgánica se debe someter la muestra a un proceso de incineración (reducir la muestra a cenizas). Para la incineración en seco colocar la muestra en una mufla y a una temperatura aproximada de 550 °C a 600 °C antes de la descomposición en ácido perclórico, para evitar el riesgo de explosión.

**4.5.6.** Cuando se analice roca fosfática, se debe tomar una muestra representativa de modo que el 100 % de ella traspase el tamiz malla N° 60 de 250 µm, separar las limaduras de hierro que puedan estar presentes con un magneto, mezclar y transferir a un recipiente para muestras.

#### **4.6. Procedimiento**

- a) Pesar en una balanza analítica 0,5 g de la muestra en un matraz aforado, agregar dos perlas de vidrio, 10 mL de ácido perclórico ( $\text{HClO}_4$ ) y 5 mL de agua destilada.
- b) Colocar el matraz en el sistema de destilación por arrastre de vapor (verificar que no tenga fuga) y calentar hasta alcanzar una temperatura de 135 °C, sin exceder una temperatura de 145 °C.
- c) Mantener el destilado en condiciones frías (temperatura menor de 20 °C) para evitar la evaporación de los compuestos volátiles y conservar la integridad de la muestra.
- d) Recoger aproximadamente 225 mL del destilado en un matraz volumétrico de 250 mL, aforar con agua destilada y mezclar.
- e) Trasvasar con una pipeta graduada una alícuota entre 10 mL y 50 mL (según la concentración esperada del analito) a un vaso de precipitado de forma alta de 200 mL.
- f) Ajustar el pH de la alícuota, agregando una gota de solución de fenolftaleína como indicador y cinco gotas de solución de sulfonato sódico de alizarina.
- g) Llenar una bureta de 10 mL con la solución de hidróxido de sodio al 5 % o con ácido clorhídrico al 0,1 N según corresponda y neutralizar hasta obtener el viraje del indicador de una coloración ligeramente rosada.
- h) Agregar 2,5 mL de solución tampón y titular con la solución de nitrato de torio hasta la primera aparición de una coloración rosado débil. Registrar el volumen gastado en la titulación.
- i) Cuantificar el contenido de flúor presente en la muestra a partir de la curva de calibración, tomando en cuenta el volumen del nitrato de torio empleado en la titulación.
- j) Elaborar la curva de calibración, graficando volumen de solución de floruro de sodio (mL) en función del porcentaje de flúor.

**NOTA.** El contenido de flúor en el destilado puede determinarse también por el método del electrodo específico (ver la COVENIN 1950).

#### **4.7. Expresión de los resultados**

El contenido de flúor en la muestra se expresa como porcentaje.

#### **4.8. Informe**

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

**4.8.1.** Ensayo realizado de acuerdo con el capítulo 4.

**4.8.2.** Fecha en la cual se realizó el ensayo.

**4.8.3.** Identificación completa de la muestra (naturaleza, lote o remesa, origen, fecha del muestreo).

**4.8.4.** Resultados del ensayo.

PROYECTO DE NORMA

## BIBLIOGRAFÍA

Institute of Medicine, 1996. *Food Chemicals Codex*. Fourth edition.

Association of Official Analytical Chemists (AOAC). AOAC 944.08-1944(1996), *Fluorine in food. Distillation method*.

PROYECTO DE NORMA