

**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 cálcicos, 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 (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 (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 (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 (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 (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 (HClO₄) 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 fluoruro 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