
NMX-F-360-S-1981. ALIMENTOS PARA HUMANOS. DETERMINACIÓN DE CLORUROS COMO CLORURO DE SODIO (MÉTODO DE VOLHARD). FOODS FOR HUMANS. DETERMINATION OF CHLORIDES AS SODIUM CHLORIDE (VOLHARD METHOD). NORMAS MEXICANAS. DIRECCIÓN GENERAL DE NORMAS.

PREFACIO

En la elaboración de esta Norma participaron los siguientes Organismos:

Subsecretaria de Salubridad.
Dirección General de Laboratorios de Salud Pública.
Ernesto Ibarra y Cía., S.A.

1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

La presente Norma Mexicana establece el procedimiento para la determinación de cloruros, expresados como cloruro de sodio, por el método de Volhard.

2. REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

NMX-F-066-S Alimentos para humanos - Determinación de cenizas. (Determinación de cenizas en alimentos).

3. FUNDAMENTO

Se basa en la determinación indirecta para cloruros, en que se añade un exceso de nitrato de plata con respecto a la cantidad de cloruros presente. El exceso de ion plata se valora por retroceso con solución de tiocianato de potasio o amonio y sulfato férrico como indicador según el método de Volhard.

4. REACTIVOS Y MATERIALES

4.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se indican deben ser grado analítico; cuando se mencione agua debe entenderse agua destilada.

4.1.1 Solución de nitrato de plata (AgNO_3), 0.1 N.

4.1.2 Solución de tiocianato de potasio o de amonio (KCNS o NH_4CNS), 0.1N.

4.1.3 Solución indicadora-sulfato férrico amónico $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.

4.1.4 Acido nítrico 6 N.

4.2 Materiales

4.2.1 Pipetas volumétricas de 5 cm^3

- 4.2.2 Buretas de 50 cm³.
- 4.2.3 Matrazes Erlenmeyer de 250 cm³.
- 4.2.4 Material común de laboratorio.

5. APARATOS

- 5.1 Balanza analítica con ± 0.1 mg de sensibilidad.
- 5.2 Placa caliente o baño de arena.

6. MUESTRAS

- 6.1 A una muestra seca de 5 g determinarle cenizas totales, aplicando la NMX-F-066-S (véase 2).
- 6.2 Disolver las cenizas en ácido nítrico, filtrar, lavar y recibir en un matraz Erlenmeyer de 250 cm³ con agua.

NOTA: En algunos productos puede no ser necesario partir de las cenizas, sino que podrán usarse directamente.

7. PROCEDIMIENTO

- 7.1 A la muestra preparada en 6.2 agregarle solución de nitrato de plata con un ligero exceso conocido.
- 7.2 A la combinación de los filtrados y lavados adicionar 5 cm³ del indicador sulfato férrico amónico y pocos cm³ de ácido nítrico.
- 7.3 Titular el exceso de plata con solución de tiocianato de potasio o de amonio 0.1 N, hasta la aparición de un color café claro que sea permanente y detectable.
- 7.4 Hacer un ensayo en blanco, siguiendo el procedimiento descrito en 7.1, 7.2 y 7.3, excluyendo la muestra.

8. EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Se calcula el por ciento de cloruros como cloruro de sodio, mediante la siguiente expresión:

$$\% \text{ NaCl} = \frac{(A - B) N \times 0.0585}{M} \times 100$$

Donde:

- A = cm³ de solución de nitrato de plata 0.1 N agregada en exceso.
- B = cm³ de solución de tiocianato de potasio o de amonio 0.1 N, empleados en titular el exceso de nitrato de plata.
- N = Normalidad del tiocianato de potasio o de amonio.
- M = Peso de la muestra en gramos.
- 0.0585 = Miliequivalente del cloruro de sodio.

9. BIBLIOGRAFÍA.

Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists
William Horwitz, Editor. Twelfth Edition, 1975 Chapter 3 Parts. 3.067, 3.068 Y 3.070.