



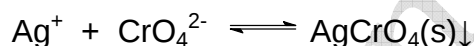
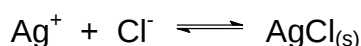
Determinação de cloretos em produtos de origem animal por argentometria

1 Escopo

Este método tem por objetivo determinar o teor de cloretos ou cloretos em NaCl de produtos de origem animal.

2 Fundamentos

O ensaio fundamenta-se na reação do nitrato de prata com cloretos em presença de cromato de potássio como indicador, em pH levemente alcalino. Os íons cloretos (presentes na amostra) reagem com nitrato de prata, formando cloreto de prata. O excesso de nitrato de prata reage com o indicador formando um precipitado (cromato de prata), de cor vermelho-tijolo ou marrom.



A adição de cloretos pode ter a finalidade de “mascarar” uma adulteração no leite pela adição de água, permitindo a correção da densidade e a crioscopia do leite. Quando empregada paralelamente a outras provas de inspeção do leite, a pesquisa de cloretos pode confirmar suspeita de fraudes por adição de água e sal.

Em leite fluido, a prova é qualitativa, e o resultado positivo indica a presença de quantidades superiores a 0,08 a 0,1% de cloretos. Quando o teor de cloretos é normal, a quantidade de nitrato de prata adicionada é excessiva, reagindo com o indicador. Por outro lado, quando o teor de cloretos é elevado, haverá menor quantidade de prata disponível para reagir com o indicador e, como consequência, menor quantidade de precipitado será formada, com diminuição da intensidade da coloração. Isto é, quanto maior a concentração de cloretos na amostra, menor a intensidade de coloração.

3 Reagentes, padrões e materiais

Todos os reagentes são de grau analítico (p.a.), exceto quando especificado. Toda a água utilizada nos procedimentos é deionizada, exceto quando especificada.



Determinação de cloretos em produtos de origem animal por argentometria

3.1 Reagentes

- Ácido nítrico (HNO_3);
- Carbonato de cálcio (CaCO_3);
- Cromato de potássio (K_2CrO_4);
- Nitrato de prata (AgNO_3).

3.2 Padrão

Cloreto de sódio (NaCl), material de referência.

3.3 Materiais

- Balão volumétrico de 100 mL;
- Bastão de vidro;
- Béqueres de 100 e 250 mL;
- Bureta de 25 mL;
- Cadinhos e cápsulas de porcelana;
- Erlenmeyers de 125 e 250 mL;
- Funil;
- Papel de filtro qualitativo;
- Pipetas graduadas de 1 e 5 mL;
- Pipetas volumétricas de 10, 25, 100 mL;
- Tubos de ensaio.

4 Equipamentos

- Agitador magnético;
- Balança analítica, com precisão mínima de quatro casas decimais;
- Forno-mufla;
- Placa aquecedora.



Determinação de cloretos em produtos de origem animal por argentometria

5 Precauções analíticas

Amostras de alimentos em geral devem ser consideradas como de risco biológico, evitando-se o contato direto com pele e mucosas. Equipamentos de proteção individual e uniforme apropriado à condução da marcha analítica devem ser utilizados durante todo o processo. O preparo das soluções reagentes deve ser feito em capela de exaustão. As cinzas deverão ser filtradas utilizando água moderadamente aquecida.

6 Procedimentos

As operações deverão ser registradas no formulário "Dados brutos", Anexo A do POP POA/SLAV/15 "Procedimentos de rotina na análise físico-química de produtos de origem animal". Realizar o ensaio em duplicata.

6.1 Preparo de soluções e reagentes

6.1.1 Solução de cromato de potássio (K_2CrO_4) a 5% (m/v)

Em balança analítica, pesar 5 g de cromato de potássio em um béquer 100 mL e dissolver utilizando água deionizada transferindo para um balão de 100 mL. Essa solução tem validade de um ano em frasco de vidro âmbar, sob temperatura ambiente.

6.1.2 Solução de ácido nítrico 1+9 (v/v)

Transferir aproximadamente 500 mL de água deionizada para o balão volumétrico de 1000 mL. Na capela de exaustão, adicionar lentamente, pelas paredes do balão, 100 mL de ácido nítrico com auxílio de uma proveta. Completar o volume com água e armazenar em frasco âmbar a temperatura ambiente.

6.1.3 Solução de nitrato de prata 0,1 M (mol/L)

Pesar 17 g de nitrato de prata em um béquer de 100 mL, dissolver com água deionizada com auxílio de um bastão de vidro. Transferir para um balão volumétrico de 1000 mL, completar o volume e homogeneizar. Transferir a solução preparada para frasco âmbar sob refrigeração.



Determinação de cloretos em produtos de origem animal por argentometria

6.1.4 Solução de nitrato de prata 0,01 M (mol/L)

Tomar uma alíquota de 100 mL da solução 0,1 M, utilizando pipeta volumétrica e passar para um balão de 1000 mL. Completar volume com água deionizada.

6.2 Fatoração das soluções de nitrato de prata 0,1 M e 0,01 M

Secar 5 g de cloreto de sódio padrão (material de referência) em estufa a 105°C, por cerca de 12 horas, ou por 2 horas a 150°C. Resfriar em dessecador.

Para fatorar uma solução de nitrato de prata 0,1M, pesar, em balança analítica, cerca de 0,145 g em erlenmeyer de 125 mL (tabela 1). Adicionar cerca de 25 mL de água e 1 mL de solução cromato de potássio a 5% m/v, como indicador. Gotejar a solução de AgNO₃ a ser fatorada com auxílio de uma bureta de 25 mL, até o aparecimento de cor castanho-avermelhada.

Obs. A solução de nitrato de prata deve ser padronizada mensalmente (ou antes do uso).

6.2.1 Cálculo do fator de correção (f):

$$f = \frac{m}{0,0585 \cdot V \cdot M}$$

Onde:

m = massa (g) de NaCl usados na titulação;

V = volume (mL) de solução de AgNO₃ gastos na titulação;

M = concentração (molaridade) da solução.

Tabela 1. Quantidade de NaCl necessária para titular 25 mL da solução de AgNO₃.

Normalidade aproximada	g NaCl *
0,01	0,0145
0,10	0,1450
1,00	1,4500

* g NaCl / 25 mL AgNO₃ = 0,058 x 25 x M

6.3 Preparo das amostras

6.3.1 Produtos de salsicharia e pescados



Determinação de cloretos em produtos de origem animal por argentometria

Pesar 2 a 5 g da amostra diretamente no cadinho de porcelana, ou utilizando sólidos secos obtidos no ensaio umidade e substâncias voláteis a 105°C. Incinerar em forno-mufla a 450°C até obtenção de cinzas claras. Adicionar duas a três gotas de solução de ácido nítrico (1+9) para facilitar a dissolução das cinzas e 10 mL de água deionizada moderadamente aquecida. Agitar com bastão de vidro e filtrar, recebendo o filtrado em erlenmeyer de 250 mL. Lavar bem o cadinho e o papel de filtro com água deionizada moderadamente aquecida.

6.3.2 Conservas de carne, conservas de pescado, manteiga, margarina e sal

Pesar 5 g da amostra em cadinho ou em cápsula de porcelana. Incinerar em forno-mufla a 450°C até obtenção de cinzas claras. Adicionar 30 mL de água moderadamente aquecida. Agitar com bastão de vidro. Lavar o cadinho (ou a cápsula), o bastão e o funil com mais duas porções de 30 mL de água moderadamente aquecida. Como esses produtos contêm quantidades maiores de cloretos (exceto manteiga e margarina sem sal), após a dissolução das cinzas, transferir para um balão volumétrico de 100, 200 ou 500 mL. Esfriar, completar volume e agitar. Filtrar se necessário. Transferir, com auxílio de uma pipeta, uma alíquota de 10 mL para um frasco erlenmeyer de 125 mL. Registrar as diluições efetuadas para que sejam inseridas no cálculo final.

6.3.3 Leite fluido

Transferir 10 mL de leite para um tubo de ensaio. Adicionar 0,5 mL da solução de cromato de potássio 5 % e 4,5 mL de solução de nitrato de prata a 0,1 M e agitar.

Positivo: aparecimento de coloração amarela.

Negativo: aparecimento de coloração marrom.

6.4 Titulação

6.4.1 Salsicharia e pescados

Ajustar o pH do filtrado entre 6,5 a 10,5 com carbonato de cálcio diretamente no erlenmeyer. Adicionar 1 mL de solução de cromato de potássio a 5% e titular com solução de nitrato de prata 0,1 M até coloração vermelho-tijolo.

6.4.2 Conservas de carne, conservas de pescado, manteiga, margarina e sal



Determinação de cloretos em produtos de origem animal por argentometria

Caso o pH da solução esteja ácido, neutralize com carbonato de cálcio, até o pH entre 6,5 e 9,0. (conforme o item 6.3.2). Adicionar 1 mL da solução de cromato de potássio a 5%, como indicador. Titular com solução de nitrato de prata 0,1 M, até o aparecimento de uma coloração vermelho-tijolo.

Obs: Caso a amostra apresente uma concentração muito baixa de cloretos, representada pelo pequeno volume gasto na pipeta, a amostra deverá ser titulada com a concentração de 0,01 M ou utilizando um instrumento volumétrico com melhor resolução.

7 Resultados

Em casos de funcionamento inadequado do equipamento, quebra de vidraria ou perda de amostra durante a realização do ensaio, os resultados são desconsiderados e o ensaio é repetido. Os resultados são aceitos se observadas todas as precauções analíticas e se realizados todos os procedimentos em conformidade com este método.

7.1 Cálculos e expressão dos resultados

O resultado a ser expresso é a média das duplicatas e deve ser calculado de acordo com as fórmulas abaixo:

7.1.1 Cálculo da concentração de cloretos em g/100g:

$$\text{Cloretos (g/100g)} = \frac{V \cdot f \cdot 0,355}{m}$$

Onde:

V = volume (mL) de solução de AgNO_3 0,1 M gasto na titulação;

f = fator da solução de AgNO_3 0,1 M;

m = massa de amostra (g).

7.1.2 Cálculo da concentração de cloretos em NaCl (g/100g):

$$\text{Cloretos em NaCl (g/100g)} = \frac{V \cdot f \cdot 0,585}{m}$$



Determinação de cloretos em produtos de origem animal por argentometria

Onde:

V = volume (mL) de solução de AgNO_3 0,1 M gasto na titulação;

f = fator da solução de AgNO_3 0,1 M;

m = massa de amostra (g).

Os cálculos são realizados através da planilha “Cálculos – Determinação de cloretos” (Anexo A).

7.1.3 Expressão do resultado para leite fluido

O teste é qualitativo e o resultado é expresso como positivo ou negativo. O resultado é considerado positivo com aparecimento de coloração amarela e negativo com aparecimento de coloração marrom.

7.2 Validação da planilha

A planilha “Cálculos – Determinação de cloretos” deve ser validada conforme descrito no POP POA/SLAV/15, através de cálculos manuais os quais devem ser registrados no formulário “Validação de planilhas eletrônicas”, Anexo M do POP POA/SLAV/15.

8 Arquivamento dos registros

A planilha “Cálculos – Determinação de cloretos” deve ser mantida protegida na pasta eletrônica “Resultados”. O formulário de validação da planilha de cálculos deve ser arquivado conforme descrito no POP POA/SLAV/15 e o formulário de padronização da solução titulante de acordo com o POP POA/SLAV/09.

9 Referências

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa nº. 68 de 12 de dezembro de 2006. **Métodos físico-químicos para controle de leite e produtos lácteos**. Brasília: Diário Oficial da União, 14/12/2006.

BRASIL. Ministério da Agricultura e Abastecimento. Instrução Normativa nº. 20, de 21 de julho de 1999. **Métodos analíticos físico-químicos para controle de produtos cárneos e seus ingredientes – sal e salmoura**. Brasília: Diário Oficial da União de 27/07/1999.



Determinação de cloretos em produtos de origem animal por argentometria

BRASIL. Ministério da Agricultura. Secretaria Nacional de Defesa Animal. Laboratório Nacional de Referência Animal. Portaria nº. 01, de 07 de outubro de 1981. **Métodos analíticos para controle de produtos de origem animal e seus ingredientes: II - Métodos Físicos e Químicos**. Brasília: Diário Oficial da União, 13/10/1981.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. **Métodos químicos e físicos para análise de alimentos**, 4ª ed. Brasília: Editora MS, 2005, p. 113 (Método 028/IV).

10 Anexos

Anexo A MET POA/SLAV/35/03 Planilha "Cálculos – Determinação de cloretos"

11 Alterações

Substituição da concentração da solução de nitrato de prata 0,1 N (normalidade) por Molaridade (M);

Item 1: **excluído** "Laboratório de Produtos de Origem Animal do SLAV/SC";

Item 6: **excluído** "Dados brutos – Determinação de cloretos (Anexo A)", **incluídos** "Dados brutos, Anexo A do POP POA/SLAV/15 - Procedimentos de rotina na análise físico-química de produtos de origem animal" e "Realizar o ensaio em duplicata";

Item 7.1: **excluído** "Os cálculos devem ser realizados através da planilha eletrônica Cálculos – Determinação de cloretos (Anexo B)". **Incluído** "O resultado a ser expresso é a média das duplicatas e deve ser calculado de acordo com as fórmulas abaixo";

Item 7.2: **excluído** "deve ser validada quinzenalmente, através de cálculos manuais que devem ser registrados no formulário Validação da Planilha de Cálculos – Determinação de cloretos (Anexo C)";

Item 8: **excluídos** "O Anexo A deve ser arquivado na pasta Dados Brutos", o Anexo B e Anexo C deve ser arquivado na pasta Validação de Planilha de Cálculos, da unidade", **incluídos** "A planilha Cálculos – Determinação de cloretos e O formulário de validação da planilha de cálculos deve ser arquivado conforme descrito no POP POA/SLAV/15 e o formulário de padronização da solução titulante de acordo com o POP POA/SLAV/09";

Itens 10: **excluídos** "Anexo A MET POA/SLAV/35/02 Formulário Dados brutos – Determinação de cloretos e Anexo C MET POA/SLAV/35/02 Formulário "Validação da Planilha de Cálculos – Determinação de cloretos";



Determinação de cloretos em produtos de origem animal por argentometria

Anexo A: Formulário "Dados brutos – Determinação de cloretos" **substituído** pela planilha "Cálculos – Determinação de cloretos";

Anexo B: agora Anexo A; **excluídos** verificação das transcrições e campos verificação e data;

Anexo C: Formulário "Validação da Planilha de Cálculos – Determinação de cloretos", **excluído**.

Estas alterações não implicam em complementação de confirmação de desempenho.

12 Responsabilidades

O Responsável pelo POA/SLAV deve garantir a elaboração, aprovação, emissão, distribuição de cópias, implementação, treinamento e capacitação do pessoal para utilização, gerenciamento de não conformidades, análise crítica e revisão deste MET.

A UGQ é responsável pela verificação deste MET.

Elaboração/Revisão:	Aprovação:	Verificação:
Ana Paula Pereira de Melo – POA/SLAV	Cristhiane Cattani – POA/SLAV	Rosane Carlessi – UGQ
Data: 21/07/2014	Data: 24/07/2014	Data: 28/07/2014