
NORMA CUBANA

NC

906: 2012

**ALIMENTACIÓN ANIMAL — DETERMINACIÓN DEL
CONTENIDO DE CALCIO Y MAGNESIO**

Animal feeding — Determination of calcium and magnesium content

ICS: 65.020.30

1. Edición Diciembre 2012
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 El Vedado, La Habana. Cuba.
Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio
Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC 906: 2012

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC) es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el NC/CTN 96 de Residuos de Medicamentos Veterinarios en los Alimentos en el que están representadas las siguientes entidades:
 - Registro de Medicamentos Veterinarios (IMV)
 - Laboratorio Nacional de Higiene de los alimentos
 - Oficina de Registro de alimentos para animales
 - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos (INHA – MINSAP).
 - ALIMPORT-Ministerio de Comercio Exterior (MINCEX)
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad (CNICA)
 - Centro de Investigaciones Pesqueras (CIP)
 - Universidad Agraria de La Habana.
 - Centro Nacional de Sanidad Agropecuaria (CENSA)
 - Estación Experimental de la Apicultura
 - Unión de Empresa del Combinado Avícola (UECAN)
 - Instituto de Investigaciones Avícolas (IIA)
 - Grupo Porcino Nacional (GRUPOR)
 - Instituto de Investigaciones Porcinas (IIP)
 - Grupo Agrario del Arroz (GAIPA)
 - Grupo Empresarial LABIOFAM
 - Dirección Agropecuaria del MINFAR
 - Dirección Agropecuaria del MININT
 - Dirección Agropecuaria MINAZ
- Se basa en el método complexométrico de Becker, Max. 1966. *Análisis y valoración de piensos y forrajes*. Editorial Acribia. Zaragoza. España; y en la norma NC 23-25:79 *Ensayo y análisis químico. Determinación volumétrica de calcio. Método general quelatómico*.
- Se considera método de referencia, así como, de rutina en los laboratorios de análisis de alimentos para el consumo animal del país, y toma en cuenta la experiencia de los especialistas cubanos en este tema.
- Sustituye a la NC 74-32:1985. *Ganadería. Alimentación Animal. Determinación del contenido de calcio y magnesio*.

© NC, 2012

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, El Vedado, La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

0 Introducción

El calcio es uno de los macro elementos que se requiere en la dieta de los animales, desempeñando un importante papel en la fisiología animal. Los mecanismos homeostáticos de este importante elemento permiten movilizar el mineral de los huesos cuando es requerido, actuando en conjunto con la vitamina D.

Los requerimientos de los animales suelen asegurarse a partir de los piensos balanceados, por lo que es de vital importancia el control de los niveles de calcio en los mismos y en sus materias primas. Los métodos químicos clásicos de referencia se basan en la volumetría complexométrica.

ALIMENTACIÓN ANIMAL — DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CALCIO Y MAGNESIO**1 Objeto**

Esta norma establece el método de ensayo para la determinación del contenido de calcio y magnesio en los piensos balanceados, sus materias primas, así como en otras mezclas alimentarias de consumo animal.

2 Referencias Normativas.

Las siguientes normas de referencia son indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias fechadas, solo es aplicable la edición citada. Para las referencias no fechadas, se aplica la última edición del documento de referencia (incluyendo cualquier enmienda).

NC 727:2009 Productos químicos. Clasificación por calidades y definiciones.

NC/ISO 3696:2004 Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificación y métodos de ensayo.

NC 74-22:1985 Ganadería. Alimentación animal. Determinación de la humedad inicial y de la materia seca.

NC 55-05:1985 Servicios veterinarios. Actividad de laboratorio. Términos y definiciones.

NC 728:2009 Soluciones reactivo de concentración aproximada para uso general.

NC 21-03:1968 Soluciones reactivo de concentración exacta para uso general.

NC 726:2010 Indicadores químicos.

NC 903:2012 Ganadería. Alimentación Animal Determinación del contenido de cenizas.

NC 79-09-07:82 Harina de origen animal. Métodos de ensayo. Determinación de calcio.

NC/ISO 17025: 2006 Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y de Calibración.

3 Términos y definiciones**calcio (Ca)**

elemento químico cuyo símbolo es Ca, peso atómica 40, 08 perteneciente al grupo II periodo 4 de la tabla periódica de Mendeleiev

magnesio (Mg)

elemento químico cuyo símbolo es Mg, peso atómica 24,312 perteneciente al grupo II periodo 3 de la tabla periódica de Mendeleiev

4 Generalidades

- 4.1 Se emplearán productos químicos analíticos de calidad p.a. según la NC 727
- 4.2 Para la preparación de las soluciones de concentración aproximada, véase la NC 728
- 4.3 Para la preparación y determinación de las disoluciones de concentración exacta véase la NC 21-03
- 4.4 Para la preparación de los indicadores químicos, véase la NC 726:2010
- 4.5 Se utilizará agua para análisis según la NC/ISO 3696:04 Agua para análisis.
- 4.6 Para los términos y definiciones empleados en esta norma, véase la NC 55-05
- 4.7 Para la preparación de la muestra de ensayo, véase la NC 74-22

5 Fundamento del método

El método se basa en la formación de complejos coloreados entre el calcio y el magnesio presentes en la muestra, con el eriocromo negro T utilizado como indicador, para la valoración simultánea de ambos cationes a un pH alcalino. El complejo es destruido por la adición del ácido etilendiamino tetraacético, sal disódica dihidrato (sal disódica del EDTA), que da lugar a otro complejo más estable que los formados por el calcio, el magnesio y el indicador, quedando la solución de color azul.

Como el calcio forma también un complejo coloreado fluorescente con la calceína a pH alcalino, que es destruido, igualmente, por la adición de la sal disódica del EDTA al formar otro complejo más estable, incoloro y no fluorescente, permite la valoración del magnesio por la diferencia entre los consumos de la sal disódica del EDTA en la valoración simultánea de ambos cationes y el encontrado en la valoración del calcio solo, en la misma muestra.

6 Reactivos

- Disolución de ácido clorhídrico al 20 % v/v
- Disolución de ácido clorhídrico al 50 % v/v
- Disolución de hidróxido de potasio 0,2 g/mL. Se disuelven 200 g de hidróxido de potasio y se enrasa con agua a 1 L.
- Disolución de referencia de calcio 0,02 N. Se disuelve un gramo de carbonato de calcio (previamente secado en estufa a 105°C durante 2 horas y enfriado en desecadora) en 6mL de ácido clorhídrico al 50 % v/v y se completa el volumen con agua hasta 1 L.
- Indicador de calceína. Se pesa 1 g de calceína y se mezcla, hasta completa homogeneización con 100 g de cloruro de potasio p.a o con 100 g de nitrato de potasio p.a.
- Disolución de sal disódica del EDTA 0,02 N. Se disuelven 3,7224 g de la sal disódica del EDTA y se enrasa hasta un litro. Para la valoración de esta disolución se toman 10 ml de la disolución de referencia de calcio 0,02 N y se vierten en frasco cónico de 100 ml. Se añade

25 ml de agua, 20 ml de la disolución de hidróxido de potasio 0,2 g/ml y aproximadamente 10 mg del indicador de calceína. Se mezcla bien y se valora de inmediato con la disolución de la sal disódica del EDTA usando un fondo negro, hasta desaparición de la fluorescencia amarillo verdosa. Se realizan tres valoraciones y se toma el valor promedio del volumen en ml gastado en la valoración del calcio para verificar la Normalidad (N) de la disolución de la sal disódica del EDTA.

- Indicador eriocromo negro T (líquido). Se pesan 0,15 g de eriocromo negro T, se adiciona 0,5 g de borato de sodio p.a y se disuelven en 25 mL de metanol.
- Indicador eriocromo negro T (sólido). Se pesan 0,5 g de eriocromo negro T y 100 g de cloruro de sodio, se trituran y se mezclan hasta completa homogeneización en un mortero.
- Disolución reguladora. Se disuelven 60 g de cloruro de amonio en 200 mL de agua, se añaden 500 ml de hidróxido de amonio concentrado p.a y se enrasa con agua hasta 1 L.
- Disolución de cianuro de potasio al 10 % m/v. Se disuelven 10 g de cianuro de potasio p.a y se completa el volumen con agua hasta 100 ml.

7 Aparatos, utensilios y medios de medición

- Balanza analítica LSP 100 ó 200 g: vD 0,1 mg.
- Mufla eléctrica con pirómetro.
- Desecadora.
- Pipeta de un trazo de 5 y 10 ml.
- Pipeta graduada de 5 y 10 ml.
- Frasco cónico de 200; 250 ó 300 ml.
- Vasos de precipitado de 200; 250 ó 300 ml.
- Matraz de un trazo de 100; 250 y 1 000 ml.
- Bureta de 10 ó 25 ml.
- Cilindro graduado de 25 ml.
- Papel filtro cuantitativo de filtración medio rápida.

Procedimiento

8.1 Preparación de la porción de ensayo

Se determina la masa de una porción de la muestra de ensayo generalmente, entre 2 y 5 gramos, según el contenido de calcio de la muestra de alimento, con una precisión de ± 1 mg, en un crisol que previamente haya sido secado e incinerado en la mufla a una temperatura de 550 °C y posteriormente, tarado con una precisión de ± 1 mg. Se somete a la incineración tal como se establece en la NC 74-30:85 "Ganadería. Alimentación animal. Determinación del contenido de cenizas".

En muestras de sales minerales se pesa, exactamente, y con una precisión de ± 1 mg la masa correspondiente a 1 g de la muestra de ensayo en un vaso de precipitado.

8.2 Preparación de la disolución de ensayo

Los residuos obtenidos en la determinación de la ceniza o la sal mineral, se transfieren cuantitativamente a un recipiente (vaso de precipitado, frasco cónico de boca ancha), lavando el crisol o el recipiente que contiene la sal mineral, con 50 mL de ácido clorhídrico al 20 % (v/v) y colectando los líquidos del lavado en el recipiente. Se calienta la disolución clorhídrica hasta que comience la ebullición y se deja enfriar después. Se traspasa la disolución a un matraz de un trazo de 250 ml, lavando el recipiente y colectando los lavados en el matraz.

8.3 Determinación

8.3.1 Valoración de la disolución de ensayo

8.3.1.1 Valoración del calcio

Se toma una alícuota del filtrado, según el contenido del calcio presente en la muestra, generalmente 2 ml para piensos balanceados y 1 ml para sales minerales y se vierten en un frasco cónico. Se añaden 25 ml de agua, 20 ml de la disolución de hidróxido de potasio 0,2 g/ml y aproximadamente 10 mg del indicador de calceína. Se mezcla y se valora de inmediato con la disolución de sal disódica del EDTA 0,02 N utilizando un fondo negro, hasta la desaparición de la fluorescencia amarilla verdosa. Se anotan los ml gastados en la valoración.

8.3.1.2 Valoración simultánea de calcio más magnesio

Se toma otra alícuota del filtrado de igual volumen que la tomada para la valoración del calcio y se lleva a un frasco cónico, añadiendo 10 ml de agua, 0,5 ml de disolución de hidróxido de potasio 0,2 g/ml, 20 ml de la disolución reguladora, 3 gotas de la disolución de cianuro de potasio y 8 gotas del indicador eriocromo negro T líquido ó 0,2 g del indicador sólido. Se mezcla y se valora de inmediato con la disolución de sal disódica de EDTA 0,02N hasta la aparición de la coloración azul. Se anotan los ml gastados en la valoración.

8.4 Ensayos en blanco

Se realiza los ensayos en blanco efectuando el mismo procedimiento para la valoración del calcio y para la de ambos cationes juntos, utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos empleados, exceptuando la porción de ensayo. Se anotan los ml gastados en la valoración con la disolución de sal disódica de EDTA 0,02N en cada caso.

9 Expresión de los resultados

9.1 Método para los cálculos

El contenido porcentual de calcio (Ca), se calcula por la fórmula siguiente:

$$\text{Ca} = \frac{(V_1 - V_0) \times N \times 0,02}{fd \times m} \times 100 \text{ [%]}$$

7

donde

V₁: volumen en ml de la disolución de sal disódica de EDTA consumido en la valoración del calcio.

V₀: volumen en ml de la disolución de sal disódica de EDTA consumido en la valoración de ensayo en blanco.

N: normalidad de la disolución de sal disódica de EDTA utilizada en la valoración 0,02 miliequivalente gramo de calcio.

F_d: factor de dilución, es decir:
$$\frac{\text{Volumen alícuota (ml)}}{\text{Dilución de la porción de ensayo (ml)}}$$

M: masa de la porción de ensayo (g).

9.2 Aproximación de los resultados

El ensayo se realizará por duplicado y se calculará el promedio de sus resultados, aproximándolo hasta la décima en alimentos con más de un 3 % de contenido de calcio o magnesio, en caso contrario se aproxima a la centésima.

9.3 Repetibilidad

Los resultados de dos determinaciones realizadas simultáneamente, no deben diferir en más de un 5 %. En caso contrario repetir el ensayo.

9.4 Informe

El reporte del análisis mostrará el método utilizado, resultados y forma de expresión de los resultados, con un coeficiente de variación máximo entre muestras trabajadas en paralelo de 5%. La precisión interlaboratorio, expresada como coeficiente de variación de la reproducibilidad se considera aceptable hasta un valor de 10%.

Bibliografía

- [1] BECKER, MAX. 1966. Análisis y valoración de piensos y forrajes. Editorial Acribia. Zaragoza. España.
- [2] NC 23-25:79 Ensayo y análisis químico. Determinación volumétrica de calcio. Método general quelatométrico.
- [3] NC 79-09-02:82 Harinas de origen animal. Métodos de ensayo.