



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA OFICIAL MEXICANA

NMX-F-277-1991

**INDUSTRIA AZUCARERA - MUESTRAS DE JUGOS DE CAÑA DE
AZUCAR - SUBSTANCIAS REDUCTORAS - METODO DE PRUEBA.**

*SUGAR INDUSTRY - SAMPLES OF SUGAR CANE JUICE - REDUCING
SUBSTANCES - METHOD OF TEST.*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta Norma participaron los siguientes organismos:

DIRECCION GENERAL DE NORMAS
Area de Verificación de Azúcar
Laboratorio de Pruebas Químicas

COMITE CONSULTIVO NACIONAL DE NORMALIZACION DE LA INDUSTRIA
AZUCARERA

AZUCAR, S.A. DE C.V.
Laboratorio Central

CAMARA NACIONAL DE LAS INDUSTRIAS AZUCARERA Y ALCOHOLERA

UNION NACIONAL DE PRODUCTORES DE CAÑA DE AZUCAR DE LA
CONFEDERACION NACIONAL CAMPESINA (CNC)

UNION NACIONAL DE CAÑEROS DE LA CONFEDERACION
NACIONAL DE LA PEQUEÑA PROPIEDAD (CNPP-UNE).

GRUPO DE PAISES LATINOAMERICANOS Y DEL CARIBE EXPORTADORES DE
AZUCAR (GEPLACEA)

ASOCIACION DE TECNICOS AZUCAREROS DE MEXICO, A.C. (ATAM)

INDUSTRIA AZUCARERA - MUESTRAS DE JUGOS DE CAÑA DE
AZUCAR - SUBSTANCIAS REDUCTORAS - METODO DE PRUEBA.

SUGAR INDUSTRY - SAMPLES OF SUGAR CANE JUICE - REDUCING
SUBSTANCES - METHOD OF TEST.

1 OBJETIVO

Esta Norma Oficial Mexicana establece el procedimiento para determinar la cantidad de sustancias reductoras presentes en muestras de jugos de caña de azúcar.

2 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con las siguientes Normas Oficiales Mexicana vigentes:

NMX-F-271 Alimentos para humanos - Muestras de jugos de especies vegetales productoras de azúcar - Determinación de Pol (sacarosa aparente) - Método del peso normal.

NMX-F-275 Determinación de sólidos y peso específico, en muestras de jugos de especies vegetales productoras de azúcar por método hidrométrico.

3 DEFINICION

Para los efectos de esta norma se establece la siguiente definición: Se entiende por sustancias reductoras a los azúcares monosacáridos y otros compuestos reductores contenidos en los jugos en proceso y productos derivados; comúnmente expresados como azúcar invertido.

4 FUNDAMENTO

Este método se basa en la propiedad que tienen los monosacáridos y otras sustancias presentes en los jugos de caña de azúcares, así como monosacáridos y otros compuestos reductores contenidos en los jugos e proceso y productos derivados; comúnmente expresados como azúcar invertido.

5 REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 Reactivos

5.1.1 Los reactivos que a continuación se mencionan, deben ser grado analítico; cuando se indique agua, debe entenderse agua destilada:

- Oxalato de sodio anhidro.
- Acido oxálico anhidro.
- Solución de Fehling, modificada según Soxhlet, compuesta de:
- Solución A: Sulfato de cobre.
- Solución B: Alcalina de tartrato de sodio y potasio
- Solución indicadora de azul de metileno.
- Aceite mineral blanco.

5.1.2 Preparación de reactivos

5.1.2.1 Solución A

Pesar 69.28 g de sulfato de cobre pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), ponerlos en un matraz aforado de 1000 cm^3 , agregar agua hasta la mitad agitan hasta disolver los cristales. Aforar con agua y mezclar (véase A.1).

5.1.2.2 Solución B

Pesar 346 g de cristales de tartrato de sodio y potasio ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0.34\text{H}_2\text{O}$), en un vaso de precipitados previamente tarado, añadir 350 cm^3 de agua, agitar hasta disolución total.

Pesar 100 g de hidróxido de sodio (NaOH), en otro vaso de precipitados previamente tarado, añadir poco a poco 250 cm^3 , de agua, agitar hasta disolución total. Transferir las dos soluciones a un matraz aforado de 1000 cm^3 , utilizando agua para lavar los dos vasos e incorporar los lavados al matraz. Mezclar las soluciones y enfriarlas a temperatura ambiente. Aforar con agua y mezclar.

5.1.2.3 Solución indicadora de azul de metileno Pesar 1 g de indicador de azul de metileno, poner en un matraz aforado de 100 cm^3 , agregar agua hasta la mitad del volumen, disolver el indicador, aforar con agua y mezclar.

5.2 Materiales

- Papel filtro para soluciones de azúcar.
- Perlas de vidrio (2 a 3 mm de diámetro).
- Parrilla eléctrica, o cualquier otra fuente calórica.

- Bureta de 50 cm³, graduada en décimas.
- Pipetas volumétricas de 5.25 y 50 cm³.
- Matraces Erlenmeyer de 300 cm³.
- Matraces aforados de 100,250 y 1000 cm³.
- Vasos de precipitados de 500 cm³.
- Pinzas para matraz.
- Embudo sin vástago.

6 INSTRUMENTO

- Balanza analítica con sensibilidad de ± 0.0001 g.

7 PREPARACION DE LA MUESTRA DE PRUEBA

7.1 Si la muestra es compuesta y no contiene conservadores, mezclar y filtrar con filtro-ayuda directamente, sin emplear clarificantes. Antes de agregar el filtro-ayuda añadir oxalato de sodio anhidro (0.25 g por cada 100 cm³ de muestra), para eliminar las sales de calcio. Agitar vigorosamente, dejar reposar cinco minutos y filtrar.

7.2 Las muestras conservadas con cloruro mercuríco, pueden tratarse en la misma forma anterior, pero aquellas conservadas con formaldehído no pueden ser usadas para esta determinación ya que el formaldehído reduce los compuestos de cobre.

7.3 Las muestras preservadas 24 horas con subacetato de plomo seco de Horne, deben ser tratadas con ácido oxálico anhidro (0.75 g por cada 100 cm³ de muestra), agitar vigorosamente, dejar reposar cinco minutos y filtrar.

7.4 Con otra muestra del mismo jugo, determinar Brix y Pol, de acuerdo con las Normas Mexicanas NMX-F-271 y NMX-F-275 (véase 2).

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Con una pipeta medir 25 cm³ de la muestra del jugo y colocarlos en un matraz aforado de 100 cm³, completar hasta la marca con agua, agitar hasta lograr la disolución.

8.2 Medir con una pipeta 5 cm³ de la solución A y colocarlos en un matraz Erlenmeyer de 300 cm³.

8.3 Medir con una pipeta 5 cm³ de la solución B y colocarlos en el mismo matraz.

8.4 Añadir de 15 a 20 cm³ de agua mezclar el contenido del matraz hasta lograr una disolución homogénea.

8.5 Enjuagar una bureta de 50 cm³ con la muestra de jugo diluida, y después llenar la bureta.

8.6 El procedimiento de titulación o reducción de los compuestos del cobre, es conocido como "Método estándar de titulación" y sus resultados son los más precisos. Sin embargo, debe ser precedido por una titulación llamado "Método de aproximación".

A continuación, se describe el paso que debe seguirse:

8.6.1 Añadir 15 cm³ de la muestra de jugo diluida de la bureta, al matraz conteniendo la solución de Fehling.

8.7 Colocar el matraz en la parrilla eléctrica, añadiendo 3 ó 4 perlas de vidrio y 4 ó 5 gotas de aceite mineral blanco, para evitar espuma y proyecciones.

8.8 Calentar rápidamente hasta ebullición, dejando hervir por dos minutos, añadir 5 gotas de indicador azul de metileno. La solución debe tomar una coloración azul, si no es así, significa que se ha agregado un exceso de muestra. Descartar la solución y reiniciar el procedimiento, utilizando 5 cm³ menos de muestra.

8.9 Una vez añadido el azul de metileno, continuar añadiendo porciones de 5 cm³ a intervalos de pocos segundos, hasta que se juzgue cercano el final de la titulación; proseguir con adiciones de 1 cm³ cada vez, agitar el matraz después de cada adición, pero sin permitir que la solución deje de hervir.

8.10 El final de la titulación está marcado por el cambio de color de la solución, del azul cada vez menos intenso, hasta el rojo brillante impartido al líquido en ebullición por el óxido cuproso suspendido. El tiempo total de ebullición se debe procurar limitarlo a tres minutos.

8.11 Una vez conocida con aproximación la cantidad de muestra necesaria para la reducción de los compuestos de cobre, proceder a titular de acuerdo al "Método estándar de titulación", repitiendo desde luego, los pasos 8.2 al 8.5.

8.12 Añadir a la solución de Fehling, una cantidad de muestra de la bureta igual a la determinada en el "método de aproximación", menos 1 cm³ y agregar 3 ó 4 perlas y 4 ó 5 gotas de aceite mineral blanco o un equivalente. Agitarla solución.

8.13 Colocar el matraz en la parrilla eléctrica, llevar la solución rápidamente a ebullición, la que debe mantenerse de dos a tres minutos.

8.14 Agregar 5 gotas de indicador de azul de metileno. La solución debe tomar un color azul; de no ser así desecharla, repetir los pasos, dejando de añadir otro centímetro cúbico de solución.

8.15 Completar la titulación de inmediato, sosteniendo la punta de la bureta unos 2 ó 3 cm sobre el cuello del matraz, añadir unas gotas cada vez con intervalo de pocos segundos, agitar después de cada adición, pero sin permitir que cese la ebullición.

8.16 El final de la titulación debe alcanzarse en no más de un minuto y no debe emplearse más de 1 cm³. El punto de vire es el descrito en el paso 8.10.

8.17 Anotar la cantidad de muestra empleada, para los cálculos correspondientes.

9 EXPRESION DE RESULTADOS

La fórmula empleada para obtener el contenido de sustancias reductoras en la muestra investigada, es:

$$\% \text{ Sustancias reductoras} = \frac{\text{AI} \times 10}{\text{T} \times \text{f} \times \text{S} \times \text{re}}$$

En donde:

AI = mg de azúcar invertido en 100 cm³ de solución (véase Tabla de Azúcar Invertido para 10 cm³ de solución de Fehling).

T = cm³ de solución empleada en la titulación.

S = cm³ de muestra diluidos a 100 cm³ de solución.

re = Densidad específica de la muestra a 293 k/277 k (20°C/ 4°C).

f = Factor de corrección aplicable al volumen de solución de muestra, empleado en la titulación (véase A.3.4)

10 EJEMPLO

Jugo de caña de azúcar, con las siguientes características:

°Bx = 16.0 densidad específica a 293 k/277 k (20°C/4°C) = 1.06346

TABLA 2

TABLA 2. AZÚCAR INVERTIDO PARA 10 cm³ DE SOLUCIÓN DE PHELING METODO DE LANE Y EYNDH

cm ³ SOLUCION DE AZÚCAR USADOS	GRAMOS DE SACAROSA PRESENTE POR 100 cm ³ DE SOLUCION DE AZÚCAR					10	25		
	0	0.5	1	2	3			4	5
15	50.5	50.2	49.9	49.4	48.8	48.3	47.6	46.1	43.4
16	50.6	50.3	50.0	49.4	48.8	48.3	47.6	46.1	43.4
17	50.7	50.4	50.1	49.4	48.8	48.3	47.6	46.1	43.4
18	50.8	50.4	50.1	49.4	48.8	48.3	47.6	46.1	43.3
19	50.8	50.4	50.2	49.5	48.9	48.3	47.6	46.1	43.3
20	50.9	50.5	50.2	49.5	48.9	48.3	47.6	46.1	43.2
21	51.0	50.6	50.2	49.5	48.9	48.3	47.6	46.1	43.2
22	51.0	50.6	50.3	49.5	48.9	48.4	47.6	46.1	43.1
23	51.1	50.7	50.3	49.6	49.0	48.4	47.6	46.1	43.0
24	51.2	50.7	50.3	49.6	49.0	48.4	47.6	46.1	42.9
25	51.2	50.8	50.4	49.6	49.0	48.4	47.6	46.0	42.8
26	51.3	50.8	50.4	49.6	49.0	48.4	47.6	46.0	42.8
27	51.4	50.9	50.4	49.6	49.0	48.4	47.6	46.0	42.7
28	51.4	50.9	50.5	49.7	49.1	48.4	47.7	46.0	42.7
29	51.5	51.0	50.5	49.7	49.1	48.4	47.7	46.0	42.6
30	51.5	51.0	50.5	49.7	49.1	48.4	47.7	46.0	42.5
31	51.6	51.1	50.6	49.8	49.2	48.5	47.7	45.9	42.5
32	51.6	51.1	50.6	49.8	49.2	48.5	47.7	45.9	42.4
33	51.7	51.2	50.6	49.8	49.2	48.5	47.7	45.9	42.3
34	51.7	51.2	50.6	49.8	49.2	48.5	47.7	45.8	42.2

CONTINUA..

TABLA 2
CONTINUACION

35	51.8	51.3	50.7	49.9	49.2	48.5	47.7	45.8	42.2
36	51.8	51.3	50.7	49.9	49.2	48.5	47.7	45.8	42.1
37	51.9	51.3	50.7	49.9	49.2	48.5	47.7	45.7	42.0
38	51.9	51.3	50.7	49.9	49.2	48.5	47.7	45.7	42.0
39	52.0	51.4	50.8	50.0	49.2	48.5	47.7	45.7	41.9
40	52.0	51.4	50.8	50.0	49.2	48.5	47.7	45.6	41.8
41	52.1	51.4	50.8	50.0	49.2	48.5	47.7	45.6	41.8
42	52.1	51.5	50.8	50.0	49.2	48.5	47.7	45.6	41.7
43	52.2	51.5	50.8	50.0	49.3	48.5	47.7	45.5	41.6
44	52.2	51.5	50.9	50.0	49.3	48.5	47.7	45.5	41.5
45	52.3	51.5	50.9	50.1	49.3	48.6	47.7	45.4	41.4
46	52.3	51.5	50.9	50.1	49.3	48.6	47.7	45.4	41.4
47	52.4	51.6	50.9	50.1	49.3	48.6	47.7	45.3	41.3
48	52.4	51.6	50.9	50.1	49.3	48.6	47.7	45.3	41.2
49	52.5	51.7	51.0	50.2	49.3	48.6	47.7	45.2	41.1
50	52.5	51.7	51.0	50.2	49.4	48.6	47.7	45.2	41.0

$$\text{Pol} = 14.0$$

23 cm³ de jugo x 1.063 g/cm³ = 2.59 g de muestra obtenida en 100 cm³ de solución preparada para titular.

Esta solución contiene:

$$26.59 \times 0.14 = 3.72 \text{ g de pol/100 cm}^3.$$

Se utilizan 28.5 cm³ de muestra para reducir el cobre de 10 cm³ de solución Fehling.

Consultando la Tabla 2 de Azúcar Invertido para 10 cm³ de solución de Fehling, e interpolando entre los valores para 28 y 29 cm³ de solución de azúcar requerido, así como entre las columnas de 3 g y 4 g de sacarosa por 100 cm³, se encuentra el factor 48.6 mg de azúcar invertido, correspondiente a 10 cm³ de solución de Fehling. Se supone que para la solución de Fehling se empleará el factor $f = 1$.

Substituyendo valores en la fórmula:

$$\% \text{ Substancias reductoras} = \frac{\text{AI} \times 10}{T \times f \times S \times re}$$

$$\% \text{ Substancias reductoras} = \frac{48.6 \times 10}{28.5 \times 1 \times 1.06346} = 64$$

11 REPETIBILIDAD

La diferencia entre los valores extremos de una serie de determinaciones efectuadas por un mismo analista, no debe ser mayor en 0.1 unidades.

En caso contrario, debe repetirse la determinación. El resultado final debe expresarse como promedio de los dos análisis.

APENDICE A

A.1 El sulfato de cobre grado analítico, aunque está libre de impurezas, normalmente contiene mayor cantidad de agua, de la correspondiente a la fórmula $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. La mayor parte del exceso está contenido en el cristal. Por esta causa, al preparar la solución de Fehling debe pesarse la cantidad prescrita para la solución A, ó sean 69.28 g para un litro, titular la solución Fehling (combinación de las soluciones A y B, contra una solución estándar de azúcar invertido y cualquier pequeño ajuste hacerlo en la solución de sulfato, agregando agua o sulfato de cobre, para poder utilizar los valores de la tabla).

A.2 La solución de azúcar invertido se prepara pesando en una balanza analítica 9.50 g de azúcar refinado seco, transferir a un matraz aforado de 1000 cm³ de agua y disolver los cristales. Agregar 5 cm³ de ácido clorhídrico concentrado (densidad específica 1.19), mezclar, tapar el matraz y dejar reposar la solución durante setenta y dos horas a una temperatura entre 293 k a 298 k (20°C a 25°C). Aforar con agua, mezclar y transferir la solución a un frasco bien tapado. Esta solución se conservará por un período de tres a cuatro meses.

A.3 La estandarización de la solución de Fehling se hace en la forma que se describe a continuación:

A.3.1 Medir con una pipeta 50 cm³ de la solución estándar de azúcar invertido en un matraz volumétrico de 0.8

A.3.1 Medir con una pipeta 50 cm³ de la solución estándar de azúcar invertido en un matraz volumétrico de 250 cm³, añadir 5 gotas de fenolftaleína, y mientras se agita el matraz, agregar lentamente solución 0.1 N de NaOH hasta el vire ligeramente rosado, aforar y mezclar.

A.3.2 Preparar 10 cm³ de solución de Fehling (5 cm³ de solución A y 5 cm³ de solución B) en un matraz Erlenmeyer de 250 cm³. Titular la solución de Fehling, con la solución de azúcar invertido neutralizada, siguiendo el "método estándar de titulación", descrito en 8.12 a 8.17; agregando desde luego 24 cm³ de la solución de azúcar invertido.

A.3.3 La titulación debe requerir de 25.64 cm³ de azúcar invertido. Si se utiliza menos, la solución de cobre está más diluida y debe añadirse sulfato de cobre, si se usan más de 23.64 cm³, la solución de cobre estará más concentrada y debe ser diluida con agua. Estos ajustes serán hechos de acuerdo con el procedimiento de "ajuste de Normalidad", que se describe en cualquier texto de Análisis Cuantitativo.

A.3.4 Para evitar los ajustes de la solución de sulfato de cobre, se calcula un factor de corrección aplicable al volumen de solución de muestra, utilizado en las titulaciones de prueba.

Por ejemplo, si en la titulación descrita en A.3.3 se emplean 25 cm³, el factor de corrección será:

$$\frac{25.64}{25} = 1.0256$$

Si se emplean 26 cm³, el factor de corrección será:

$$\frac{25.64}{26} = 0.9862$$

12 BIBLIOGRAFIA

- NMX-Z-013-1977 Guía para la Redacción, Estructuración y Presentación de las Normas Mexicanas
- NMX-F-277-1976 Determinación de sustancias reductoras en muestra de jugos de caña de azúcar.
- ICUMSA, Methods of Sugar Analysis, H.C.S. of Wahalley, Elsevier Publishing, Co., Amsterdam 1964, pp. 13-25.
- CANE SUGAR HANDBOOK, Spencer-Meade, 9th. Ed John Wiley and Sons, Inc., New York, 1963, pp 456,547,548.
- SUGAR CANE FACTORY ANALYTICAL CONTROL. Ed by John H. Payne, 5th. Ed. Elsevier Publishing, Co., Amsterdam 1968, pp. 37, 40, 42, 64, 65.
- POLARIMETRY, SACCHARIMETRY AND THE SUGARS, Bates, Frederick J. and Ass. V.S. Gov Printing Office, Washington, 1942 pp. 165-170, 185-189.

13 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma coincide básicamente con el Método Volumétrico de Lane y Eynon, adoptado como Método de la "Comisión Internacional para Uniformar los Métodos Analíticos Azucareros". La única diferencia consiste en el uso de un factor de corrección al volumen usado en la titulación de la solución de Fehling, tal como se menciona en el párrafo A.3.4.

México, D.F., Diciembre 18, 1991
 EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS
 LIC. AGUSTIN PORTAL ARIOS

