



**NORMA MEXICANA**

**NMX-F-476-SCFI-2011**

**INDUSTRIA AZUCARERA Y ALCOHOLERA - MÉTODO PARA  
LA DETERMINACIÓN DE DEXTRANA EN AZÚCARES Y  
MATERIALES AZUCARADOS  
(CANCELA A LA NMX-F-476-1985)**

**SUGAR AND ALCHOL INDUSTRY - METHOD FOR DEXTRANA  
DETERMINATION IN SUGARS AND SUGAR MATERIALS.**



## PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana, participaron las siguientes empresas e instituciones:

- CÁMARA NACIONAL DE LAS INDUSTRIAS AZUCARERA Y ALCOHOLERA
- FIDEICOMISO INGENIO ATENCINGO 80326
- FIDEICOMISO INGENIO EL POTRERO 80329
- FIDEICOMISO INGENIO SAN CRISTÓBAL 80333
- FONDO DE EMPRESAS EXPROPIADAS DEL SECTOR AZUCARERO
- INGENIO ADOLFO LÓPEZ MATEOS, S.A. DE C.V.
- INGENIO CENTRAL PROGRESO, S.A. DE C.V.
- INGENIO EL REFUGIO, SA. DE C.V.
- INGENIO LA GLORIA, S.A. DE C.V.
- INGENIO LA MARGARITA, S.A. DE C.V.
- INGENIO SAN NICOLÁS, S.A. DE C.V.



- INGENIO SANTA CLARA, S.A. DE C.V.
  
- INGENIO TRES VALLES, S.A. DE C.V.
  
- SECRETARÍA DE AGRICULTURA, GANADERÍA, DESARROLLO RURAL, PESCA Y ALIMENTACIÓN.  
Dirección General de Fomento a la Agricultura.
  
- SECRETARÍA DE ECONOMÍA.  
Dirección General de Normas.
  
- UNIÓN NACIONAL DE CAÑEROS A.C. – C.N.P.R.
  
- UNIÓN NACIONAL DE PRODUCTORES DE CAÑA DE AZÚCAR, C.N.C., A.C.
  
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO.  
Facultad de Química.



## ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número de capítulo		Página
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	1
2	DEFINICIONES	1
3	FUNDAMENTO	3
4	REACTIVOS Y MATERIALES	3
5	INSTRUMENTOS	4
6	PROCEDIMIENTO	5
7	EXPRESION DE RESULTADOS	7
8	REPETIBILIDAD	12
9	VIGENCIA	13
10	BIBLIOGRAFÍA	13
11	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	13



## **NORMA MEXICANA**

### **NMX-F-476-SCFI-2011**

# **INDUSTRIA AZUCARERA Y ALCOHOLERA - MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE DEXTRANA EN AZÚCARES Y MATERIALES AZUCARADOS (CANCELA A LA NMX-F-476-1985)**

**SUGAR AND ALCHOL INDUSTRY - METHOD FOR DEXTRANA  
DETERMINATION IN SUGARS AND SUGAR MATERIALS.**

## **1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN**

La presente norma mexicana establece el método de prueba para determinar dextranas en muestras de azúcares y materiales azucarados.

## **2 DEFINICIONES**

Para los propósitos de la presente norma mexicana se establecen las siguientes definiciones:

### **2.1 Azúcar refinado:**

Producto sólido derivado de la caña de azúcar, constituido esencialmente por cristales sueltos de sacarosa, en una concentración mínima de 99,90 % de polarización.

Este tipo de azúcar se obtiene sometiendo el azúcar crudo (mascabado) o estándar a proceso de refinación.



## **2.2 Azúcar blanco especial:**

Producto sólido derivado de la caña de azúcar, constituido esencialmente por cristales sueltos de sacarosa, en una concentración mínima de 99,70 % de polarización.

Este tipo de azúcar se obtiene mediante proceso similar al utilizado para producir azúcar crudo (mascabado) y estándar, optimizando las etapas de clarificación y centrifugación, para alcanzar la calidad deseada.

## **2.3 Azúcar estándar:**

Es el producto sólido derivado de la caña de azúcar, constituido esencialmente por cristales sueltos de sacarosa, en una concentración mínima de 99,40 % de polarización.

Este tipo de azúcar se obtiene mediante proceso similar al utilizado para producir azúcar crudo (mascabado), aplicando variantes en las etapas de clarificación y centrifugación, con el fin de conseguir la calidad del producto deseada.

## **2.4 Azúcar crudo (mascabado):**

Es el producto sólido derivado de la caña de azúcar, constituido esencialmente por cristales sueltos de sacarosa, que se encuentran cubiertos por una película de su miel madre, en una concentración mínima de 96 % de polarización.

Este tipo de azúcar se obtiene mediante proceso industrial conformado de las operaciones unitarias de extracción, clarificación, evaporación, cristalización y centrifugación.

## **2.5 Dextrana:**

Es un polímero de glucosa, que consta de una cadena básica lineal de unidad de glucosa. Las especies leuconostoc en particular leuconostoc mesenteroides y leuconostoc dextranicum son productoras de dextranas específicas del jugo de caña.



## 2.6 **Leuconostoc mesenteroides y leuconostoc dextranicum:**

Microorganismos que se encuentran en la caña de azúcar y en las diferentes etapas del proceso de la caña de azúcar.

## 3 **FUNDAMENTO**

Se basa en el contenido de dextranas, las cuales se determinan por precipitación de las proteínas, filtración y lectura de turbidez determinado por un espectrofotómetro a una longitud de onda de 720 nm.

## 4 **REACTIVOS Y MATERIALES**

### 4.1 **Reactivos**

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

- Agua;
- Alcohol etílico absoluto;
- Estándar de dextrano 110 o dextrano 500;
- Filtro Ayuda;
- Acido Tricloracético R.A.al 10 %: Pesar 10 g  $\pm$  0,1 g de ácido tricloracético, se disuelven en agua destilada en un matraz aforado y se llevan a 100 mL. Éste reactivo se conserva por dos semanas;

**NOTA 1:** Este reactivo ataca las proteínas. Debe evitarse su contacto con la piel. No debe pipetarse con la boca ni almacenarse en recipientes de plástico.

- Blanco patrón: medir 5 mL de agua y 5 mL de alcohol etílico, y



- Solución Stock de Dextranas para la curva de calibración: Pesar 0,2 g del estándar de dextrano base seca en un matraz volumétrico de 100 mL, agregar agua, aforar y homogeneizar.

#### 4.2 Materiales:

- Matraz volumétrico clase A de 25 mL;
- Matraz Kohlrausch clase A de 100 mL;
- Tubos de ensaye con tapón de baquelita;
- Pipetas volumétricas de 1 mL, 2 mL, 5 mL y 10 mL;
- Perilla de hule;
- Tapones de hule para tubo de ensaye;
- Vasos de precipitados de 50 mL;
- Membrana de 0,45 mm;
- Gradilla para tubos de ensaye, y
- Kit de filtración.

#### 5 INSTRUMENTOS

- Espectrofotómetro UV visible;
- Cronómetro, y
- Bomba de vacío;





Los instrumentos que a continuación se mencionan, deberán contar con informe vigente de calibración y/o verificación con patrones de cuarzo certificados:

- Balanza con sensibilidad de  $\pm 0.0001$  g, y
- Balanza con sensibilidad de  $\pm 0.1$  g máximo.

## 6 PROCEDIMIENTO

6.1 Para la Curva de Calibración:

6.1.1 De la Solución Stock de Dextranas para la curva de calibración, preparar soluciones a diferentes concentraciones de acuerdo con la Tabla 1.

**TABLA 1.- Concentración de soluciones:**

<b>Alícuota Stock mL</b>	<b>Diluyente (agua destilada) ML</b>	<b>Concentración Final (CF) PPM</b>
1,0	25,0	80
2,0	25,0	160
5,0	25,0	400
10,0	25,0	800
15,0	25,0	1 200

6.1.2 Colocar 6 tubos de ensaye en una gradilla, identificar cada uno de los tubos, adicionar a cada uno de los tubos 5 mL de las soluciones preparadas en 6.1.1.

6.1.3 El primer tubo será el blanco patrón y éste se hará con agua.

**NOTA 1:** Este reactivo ataca las proteínas. Debe evitarse su contacto con la piel. No debe pipetarse con la boca ni almacenarse en recipientes de plástico.



- NOTA 2:** Las soluciones para la curva se deben de aforar con agua destilada a  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- 6.1.4** Agregar 5 mL de alcohol etílico, homogeneizar suavemente y dejar en reposo durante 5 min.
- NOTA 4:** Es importante tomar en cuenta el tiempo en que se debe leer la muestra a partir de la adición del alcohol etílico. Se recomienda dejar un lapso de 2 min, al adicionar alcohol etílico entre muestra y muestra, para poder leerlas exactamente a los 5 min.
- 6.1.5** Leer la muestra en el espectrofotómetro a 720 nm y anotar la lectura.
- NOTA 3:** El área de equipos e instrumentos se debe de mantener a una temperatura de  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ , durante el aforo y la lectura de las muestras.
- 6.2** Para la determinación de Dextranas:
- 6.2.1** Para jugos, pesar 20 g de muestra en un vaso de precipitado de 50 mL, adicionar con pipeta volumétrica 10 mL de ácido tricloracético al 10 % y la cantidad necesaria de filtro ayuda y homogeneizar.
- 6.2.2** Para miel final, de la doble dilución pesar de 6 g a 10 g, para la meladura 20 g y para licores de refinería y azúcar 50 g, en un matraz Kohlrausch de 100 mL, adicionar con pipeta volumétrica 10 mL de ácido tricloracético al 10 %, aforar y agregar a la miel final, meladura y licores la cantidad necesaria del filtro ayuda. Al azúcar refinado no se le agrega.
- 6.2.3** Filtrar la muestra a través del kit de filtración, con la membrana de  $0,45\text{ }\mu\text{m}$  y pasar el filtrado a un tubo de ensaye.
- 6.2.4** El primer tubo será el blanco patrón y éste se hará con agua destilada (véase Nota 2).



- 6.2.5** Medir con una pipeta volumétrica 5 mL de la muestra filtrada y colocarla en otro tubo de ensaye.
- 6.2.6** Agregar 5 mL de alcohol etílico, homogeneizar suavemente y dejar en reposo durante 5 min. (véase Nota 4).
- 6.2.7** Leer exactamente la muestra en el espectrofotómetro a 720 nm y anotar la lectura. (véase Nota 3).

## 7 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

**7.1** De la curva de calibración:

Obtener la pendiente **m**, la ordenada al origen **b** y el criterio de aceptación **r<sup>2</sup>**;

Formulas:

$$S_{XX} = \frac{\sum X_i^2 - \left(\frac{1}{n} \times (\sum X_i)^2\right)}{n}$$

$$S_{YY} = \frac{\sum Y_i^2 - \left(\frac{1}{n} \times (\sum Y_i)^2\right)}{n}$$

$$\sum xy = \sum X_i Y_i \left(\frac{1}{n} \times \sum X_i \sum Y_i\right)$$

$$r^2 = \left( \frac{\sum xy}{n \times \sqrt{(S_{XX})(S_{YY})}} \right)^2$$

$$m = \frac{\sum xy}{(n) (S_{XX})}$$



$$b = \frac{\sum Y_i - m(\sum X_i)}{n}$$

El criterio de aceptación ( $r^2$ ), debe ser mayor a 0,98, en caso contrario se deberá repetir la curva.

Fórmula para sacar el error de la desviación de la curva:

Ecuación de la línea recta:

$$Y_i = b + m\hat{X}_i$$

$$\hat{X}_i = \frac{Y_i - b}{m}$$

**TABLA 2.-Error de la desviación de la curva:**

<b>Concentración Final (CF<sub>i</sub>) PPM</b>	$\hat{X}_i$	<b>Error<sub>i</sub> = <math>\hat{X}_i</math> - CF<sub>i</sub></b>
80	$\hat{X}_1 = \frac{Y_1 - b}{m}$	$e_1 = \hat{X}_1 - 80$
160	$\hat{X}_2 = \frac{Y_2 - b}{m}$	$e_2 = \hat{X}_2 - 160$
400	$\hat{X}_3 = \frac{Y_3 - b}{m}$	$e_3 = \hat{X}_3 - 400$
800	$\hat{X}_4 = \frac{Y_4 - b}{m}$	$e_4 = \hat{X}_4 - 800$
1 200	$\hat{X}_5 = \frac{Y_5 - b}{m}$	$e_5 = \hat{X}_5 - 1\ 200$



**Ejemplo:**

**TABLA 3.- Concentración de soluciones y operaciones para efectos de las fórmulas:**

<b>X</b>	<b>Y</b>	<b>X<sup>2</sup></b>	<b>Y<sup>2</sup></b>	<b>XY</b>
80	0,0040	6 400	0,000016	0,32
160	0,0150	25 600	0,000225	2,40
400	0,0460	160 000	0,002116	18,40
800	0,1090	640 000	0,011881	87,20
1 200	0,1760	1 440 000	0,030976	211,20
<b>Σ=2 640</b>	<b>0,3500</b>	<b>2 272 000</b>	<b>0,045214</b>	<b>319,52</b>

Sustituyendo valores en las formulas del caso:

$$S_{XX} = \frac{2\,272\,000 - \left(\frac{1}{5} \times 2\,640^2\right)}{5} = 175\,616$$

$$S_{YY} = \frac{0,045214 - \left(\frac{1}{5} \times 0,35^2\right)}{5} = 0,00414$$

$$\sum xy = 319,52 - \left(\frac{1}{5} \times 2\,640 \times 0,35\right) = 134,72$$

$$r^2 = \left( \frac{134,72}{5 \times \sqrt{175\,616 \times 0,00414}} \right)^2 = 99,79$$

Como  $r^2$  es mayor a 0,98, no resulta necesario repetir la curva.



$$m = \frac{134,72}{5 \times 175\,616} = 0,00015$$

$$b = \frac{0,35 - 0,00015(2\,640)}{5} = -0,011$$

**TABLA 4.- Medición del error de la desviación de la curva:**

Concentración Final (CF) PPM	$\hat{X}_i$	Error <sub>i</sub> = $\hat{X}_i$ - CF
80	$\hat{X}_1 = \frac{0,004 - (-0,011)}{0,00015}$	e <sub>1</sub> = 17,8242
160	$\hat{X}_2 = \frac{0,0150 - (-0,011)}{0,00015}$	e <sub>2</sub> = 9,5202
400	$\hat{X}_3 = \frac{0,0460 - (-0,011)}{0,00015}$	e <sub>3</sub> = -28,4276
800	$\hat{X}_4 = \frac{0,1090 - (-0,011)}{0,00015}$	e <sub>4</sub> = -17,8052
1,200	$\hat{X}_5 = \frac{0,1760 - (-0,011)}{0,00015}$	e <sub>5</sub> = 18,8884

**7.2** De la determinación de Dextranas:

$$\text{Dextranas ppm} = \left( \frac{\text{ABS} - b}{m} \right) \times (\text{ABS}) \times \left( \frac{V}{W} \right)$$

$$\text{Miel Final ppm} = (\text{Dextranas ppm}) (2)$$



Se multiplica por dos, por la doble dilución de la muestra.

Donde:

ABS es Y (lectura obtenida de la absorbancia de miel final).

b es la ordenada al origen.

m es la pendiente de la ecuación de la recta.

W es el peso de la muestra en g.

V es el volumen de aforo en mL.

- Formula de interpolación del error de la desviación de la curva: Se determina el rango de las lecturas de la curva  $Y_i$ 's, donde se ubica el valor de la lectura obtenida de la absorbancia de miel final (Y) para determinar las lecturas de la curva:  $Y_{\min}$  y  $Y_{\max}$ , así como los errores de la curva:  $e_{\min}$  y  $e_{\max}$ , y se aplica la siguiente fórmula:

$$e = e_{\min} + \left( \frac{e_{\max} - e_{\min}}{Y_{\max} - Y_{\min}} \right) (Y - Y_{\min})$$

### Ejemplo:

Continúa del ejemplo en 7.1

Determinación de Dextranas:

ABS es igual a 0,101

W es igual a 9,25.

V es igual a 100 mL.

Con base en el ejemplo 7.1, se tendrán los siguientes valores:

b es igual a 0,011.

m es igual a 0,00015.

Sustituyendo los valores anteriores en la fórmula de Dextranas:



$$\text{Dextranas ppm} = \left[ \frac{0,101 - (-0,011)}{0,00015} \right] \times (0,101) \times \left( \frac{100}{9.25} \right) = 797,1381$$

$$\text{Miel Final} = (797,1381) (2) = 1\ 594\ 2763$$

- Interpolación del error de la desviación de la curva: Con base en la Tabla 3, para efectos de las fórmulas del ejemplo en 7.1, se tendrán los siguientes valores:

$Y_{\min}$  es igual a 0,0460 (lectura de la curva)

$Y_{\max}$  es igual a 0,1090 (lectura de la curva)

$e_{\min}$  es igual a 28,4276 (error de la curva)

$e_{\max}$  es igual a 17,8052 (error de la curva)

Sustituyendo los valores anteriores en la fórmula de interpolación del error:

$$e = -28,4276 + \left( \frac{-17,8052 - (-28,4276)}{0,1090 - 0,0460} \right) (0,101) - (0,0460) = -19,1541$$

## 8 REPETIBILIDAD

**8.1** Para azúcar: la diferencia entre los resultados sucesivos obtenidos con el mismo método, sobre materiales de prueba idénticos y bajo las mismas condiciones no debe exceder del 1 % sobre el valor obtenido. En caso contrario repetir la determinación.

**8.2** Para materiales azucarados: la diferencia entre los resultados sucesivos obtenidos con el mismo método, sobre materiales de prueba idénticos y bajo las mismas condiciones no debe exceder de 4 % sobre el valor obtenido. En caso contrario repetir la determinación.





## 9 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

## 10 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de Noviembre de 2002.
  
- Sugar Cane Factory Analytical Control, Payne, J.H., 5th Ed., Publishing 1968 by Elsevier in Amsterdam, New York, Pag. 23 y 24.

## 11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no coincide con ninguna norma internacional, por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

México, D.F., a 18 de junio de 2012

El Director General, **CHRISTIAN TURÉGANO ROLDÁN**.- Rúbrica.