



NORMA MEXICANA

NMX-F-498-SCFI-2011

**INDUSTRIA AZUCARERA Y ALCOHOLERA -
DETERMINACIÓN DE ARSÉNICO EN MUESTRAS DE
AZUCARES BLANCOS.
(CANCELA A LA NMX-F-498-1987)**

**SUGAR AND ALCOHOL INDUSTRY - DETERMINATION OF
ARSENIC IN SAMPLES OF SUGARS WHITES.**



PREFACIO

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

- CÁMARA NACIONAL DE LAS INDUSTRIAS AZUCARERA Y ALCOHOLERA
- CLARIMEX, S.A. DE C.V.
- FILTRANTES Y REFRACCIONES INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- PROFILQUIM DE MÉXICO, 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



NORMA MEXICANA

NMX-F-498-SCFI-2011

INDUSTRIA AZUCARERA Y ALCOHOLERA - DETERMINACIÓN DE ARSÉNICO EN MUESTRAS DE AZUCARES BLANCOS. (CANCELA A LA NMX-F-498-1987)

SUGAR AND ALCOHOL INDUSTRY - DETERMINATION OF ARSENIC IN SAMPLES OF SUGARS WHITES.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método para cuantificar el arsénico en azúcares blancos, cuya concentración de arsénico no exceda los 2 mg/kg.

2 DEFINICIONES

Para los propósitos de la presente norma mexicana se establece la siguiente definición:

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. disueltos y en suspensión, en las soluciones impuras de azúcar.



3 FUNDAMENTO

Se basa en la formación de un complejo coloreado cuando el arsénico en forma de arsina (hidruro de arsénico), burbujea a través de una solución de dietilcarbamato de plata en piridina. La solución con muestra, se trata con hidrógeno formando sulfuro de hidrógeno y arsina. El primero se absorbe con acetato de plomo, mientras que la arsina es arrastrada por la corriente de hidrógeno hasta el burbujeador, que contienen la solución de ditiocarbamato de plata en piridina, formándose un complejo de color rojo.

4 REACTIVOS Y MATERIALES

4.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico y cuando se mencione el uso de agua ésta debe ser destilada

- 4.1.1 Ácido clorhídrico concentrado: 1,18 g/mL;
- 4.1.2 Ácido clorhídrico diluido: 5 mol/l;
- 4.1.3 Solución de hidróxido de sodio: 0,05 mol/l;
- 4.1.4 Piridina;
- 4.1.5 Yoduro de potasio, sólido;
- 4.1.6 Zinc, granulado libre de arsénico;
- 4.1.7 Solución 25 g/100 mL de acetato de plomo trihidratado $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$: disolver 25 g de acetato de plomo en agua y llevarlo hasta 100 mL;
- 4.1.8 Solución 40 g/100 mL de cloruro estañoso: Disolver 40 g de cloruro estañoso dihidratado ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$) libre de arsénico en ácido clorhídrico diluido y llevar a 100 mL;



- 4.1.9** Solución de dietilditiocarbamato de plata: Se disuelven 0,5 g de dietilditiocarbamato de plata ((CN3)2.NCS2 Ag) en piridina (C₅H₅NO) y se llevan a 100 mL;
- 4.1.10** Algodón impregnado con acetato de plomo: Remojar algodón en solución de acetato de plomo (4.1.7), envolver con papel filtro y secar a temperatura ambiente;
- 4.1.11** Solución patrón de arsénico, 500 mg As/L.: Disolver 0,660 g de trióxido de arsénico (As₂O₃) en solución diluida de hidróxido de sodio (4.1.3) y llevar a 1,000 mL con la misma solución de hidróxido de sodio;
- 4.1.12** Solución patrón de arsénico diluida, 1 mg As/L.: Diluir 2 mL de la solución patrón de arsénico (4.1.11) con agua hasta alcanzar 1 L.
- 4.2.** Materiales
- Matraces aforados de 50 mL, 100 mL y 1,000 mL;
 - Pipetas volumétricas de 1 mL, 2 mL, 4 mL, 6 mL, 8 mL y 10 mL, y
 - Material común de laboratorio.

5 INSTRUMENTOS

- Balanza con sensibilidad de 0,001 g. Este instrumento debe contar con informe vigente de calibración y/o verificación con patrones certificados.
- Aparato que conste de matraz de reacción de 100 mL conectado con un tubo de absorción, como se muestra en la Figura 1.
- Espectrofotómetro, con capacidad para medir transmitancia o absorbancia a una longitud de onda de 540 nm. Las lecturas deberán ser de 0 % a 100 % de transmitancia ó de 0 a 2 en unidades de absorbancia y una amplitud de onda de ± 10 nm.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

6 PROCEDIMIENTO

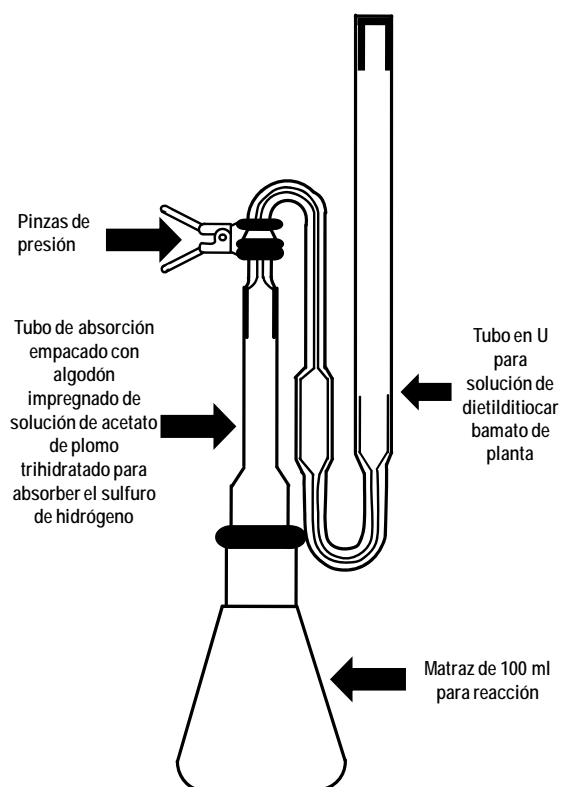
- 6.1** Disolver de 10 g a 20 g de la muestra de azúcar blanco en agua y llevar hasta 100 mL. La solución con la muestra, debe contener entre 1 μg y 10 μg de arsénico.
- 6.2** Tomar 50 mL de la solución de azúcar y transferir al matraz de reacción de 100 mL (véase Figura 1). Agregar 2 g de yoduro de potasio; disolver en la solución y agregar 2 mL de solución de cloruro estañoso y 10 mL de ácido clorhídrico concentrado. El tubo de absorción se empaca con la pequeña pieza de algodón impregnado de acetato de plomo trihidratado y secar. El tubo en U se carga con 3 mL de solución de dietilditiocarbamato de plata. Agregar de 5 g a 10 g de zinc granulado al matraz de reacción y rápidamente unir las tres partes del aparato, procurando que no haya fugas en las uniones. Dejar que la reacción se prolongue durante 45 min. La arsina (AsH_3) que se produce en la reacción, es absorbida por la solución de dietilditiocarbamato de plata formando un complejo de color rojo. El tubo en U se desconecta y si parte del complejo rojo queda adherido a sus paredes, se inclina el tubo varias veces para disolverla, agitándose vigorosamente para asegurar que el complejo esté bien mezclado. La intensidad del color se mide en el espectrofotómetro con una celda de 1 cm de ancho, a 540 nm, usando agua como blanco.
- 6.3** Se construye una curva patrón, para lo cual se toman volúmenes de 1 mL, 2 mL, 4 mL, 6 mL, 8 mL y 10 mL de la solución patrón de arsénico diluida (4.1.12) y se debe llevar a 50 mL con agua, en matraces aforados. Usando estos volúmenes, se obtienen las lecturas correspondientes a 1 μg , 2 μg , 4 μg , 6 μg , 8 μg y 10 μg de arsénico en la muestra original.

7 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

La cantidad de arsénico se obtiene al llevar a la gráfica de la curva patrón el valor de la lectura del espectrofotómetro y leer en el otro eje, la concentración de arsénico, la cual se expresa en mg As/Kg de azúcar.



FIGURA 1. Matraz de reacción



8 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**.

9 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.



- GS2/3/9-23 (2005*), Determinación de arsénico en azúcar blanco mediante espectroscopia de absorción atómica - Tentativo, International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis, 2009.
- GS2/3/9-25 (2007), Determinación de arsénico en productos azucarados refinados con un método colorimétrico - Aceptado, International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis, 2009.
- Sugar Cane Factory Analytical Control, Payne, J.H., 5th Ed., Publishing 1968 by Elsevier in Amsterdam, New York.

10 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.