



NORMA MEXICANA

NMX-F-499-SCFI-2011

**INDUSTRIA AZUCARERA Y ALCOHOLERA -
DETERMINACIÓN DE PLOMO EN AZÚCARES
(CANCELA A LA NMX-F-499-1987)**

**SUGAR AND ALCOHOL INDUSTRY - DETERMINATION OF LEAD
IN SUGARS**



PREFACIO

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

- CÁMARA NACIONAL DE LAS INDUSTRIAS AZUCARERA Y ALCOHOLERA
- CENTRAL MOTZORONGO, S.A. DE C.V.
- FIDEICOMISO INGENIO ATENCINGO 80326
- FIDEICOMISO INGENIO CASASANO
- FIDEICOMISO INGENIO EL POTRERO 80329
- FIDEICOMISO INGENIO LA PROVIDENCIA 80331
- FIDEICOMISO INGENIO SAN CRISTÓBAL 80333
- FIDEICOMISO INGENIO SAN MIGUELITO 80334
- FOMENTO AZUCARERO DEL GOLFO, SA. DE C.V.
- FONDO DE EMPRESAS EXPROPIADAS DEL SECTOR AZUCARERO



- 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 NUEVO SAN FRANCISCO, S.A. DE C.V.
- INGENIO SAN NICOLÁS, 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	2
4	REACTIVOS Y MATERIALES	3
5	INSTRUMENTOS	5
6	PROCEDIMIENTO	5
7	EXPRESIÓN DE RESULTADOS	7
8	VIGENCIA	8
9	BIBLIOGRAFÍA	8
10	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	8



NORMA MEXICANA

NMX-F-499-SCFI-2011

INDUSTRIA AZUCARERA Y ALCOHOLERA - DETERMINACIÓN DE PLOMO EN AZÚCARES (CANCELA A LA NMX-F-499-1987)

SUGAR AND ALCOHOL INDUSTRY - DETERMINATION OF LEAD IN SUGARS

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

La presente norma mexicana establece el método colorimétrico y es aplicable a azúcares: refinado, blanco especial, estándar y crudo (mascabado), con un contenido de plomo no mayor de 0,5 mg Pb / kg.

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.

3 FUNDAMENTO

3.1 Para azúcar refinado, blanco especial y estándar: El plomo se extrae directamente de la solución preparada, mediante agitación con una solución de ditizona en cloroformo, descartando la capa acuosa. La ditizona forma un complejo soluble en cloroformo de color rojo característico que contiene el plomo en solución. Es



posible una extracción completa de la fase acuosa cuando el pH se encuentra entre 9 y 11,5. Se impide la interferencia de otros iones añadiendo citrato de amonio y cianuro de potasio. Al final se realiza un emparejamiento del color con respecto a una solución preparada añadiendo una cantidad conocida de solución de plomo a un blanco de ditizona.

- 3.2** Para azúcar crudo (mascabado): Los constituyentes orgánicos provocan la formación de una emulsión de la ditizona en cloroformo, que tiene como consecuencia una separación pobre de las fases acuosa y de cloroformo. Se logra la eliminación de los componentes orgánicos incinerando el azúcar, después de haber añadido nitrato de magnesio a una temperatura que no exceda de 500 °C.

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 esta debe ser destilada

- 4.1.1** Solución de hidróxido de amonio de 0,88 g/mL;
- 4.1.2** Solución de citrato de amonio de 25 g/100 mL: disolver 62,5 g de citrato de amonio en agua y añadir 5 mL de la solución de hidróxido de amonio (4.1.1) y aforar a 250 mL con agua. Extraer la solución usando volúmenes sucesivos de la solución de ditizona de 0,1 g / 100 mL para asegurar la completa eliminación de los metales pesados, esto se detecta por un color verde que persiste en la capa de cloroformo;
- 4.1.3** Solución de cianuro de potasio en agua de 5 g /100 mL: disolver 5 g de cianuro de potasio en agua destilada y aforar a 100 mL. Dejar en reposo por 2 días antes de su uso, para permitir la oxidación de las trazas de azufre;



- 4.1.4** Solución de ditizona (difeniltiocarbazona: $C_6H_5N=NCSNH-NHC_6H_5$) de 2 g/100 mL: disolver 20 g de ditizona en 1,000 mL de cloroformo, esta solución se debe preparar diariamente;
- 4.1.5** Ácido clorhídrico concentrado (1,18 g/ mL);
- 4.1.6** Ácido nítrico concentrado (1,42 g/mL), conteniendo menos de 0,005 mg Pb / L;
- 4.1.7** Ácido nítrico aproximadamente 1 % V/V diluido: medir 10 mL de ácido nítrico concentrado y llevar a 1 000 mL con agua;
- 4.1.8** Ácido nítrico 1,0 N: medir 15,6 mL de ácido nítrico concentrado y llevar a 250 mL con agua;
- 4.1.9** Solución estándar de plomo (0,1 g Pb/100 mL): disolver 0,160 g de nitrato de plomo en solución 1,0 N de ácido nítrico y llevar a 100 mL;
- 4.1.10** Solución estándar de plomo diluida (0,001 g Pb / 100 mL): medir 10 mL de solución estándar de plomo y llevar a 1,000 mL con agua;
- 4.1.11** Cloroformo;
- 4.1.12** Solución de alcohol etílico: medir 20 mL de alcohol etílico y llevar a 100 mL con agua;
- 4.1.13** Indicador azul de bromotimol: disolver 0,04 g de azul de bromotimol en solución de alcohol etílico y llevar a 100 mL;
- 4.1.14** Solución de nitrato de magnesio: disolver 10 g de nitrato de magnesio $Mg(NO_3)_2$ en agua y aforar a 100 mL;
- 4.2** Materiales
- Cápsula de níquel o crisol de platino de capacidad adecuada;
 - Microburetas de 2 mL y 5 mL con división mínima de 0,05 mL;
 - Bureta de 25 mL;
 - Pipetas volumétricas de 5 mL y 10 mL;
 - Pipeta graduada de 10 mL;



- Embudos de separación de 100 mL;
- Matraces aforados de 100 mL, 250 mL y 1000 mL;
- Matraces Erlenmeyer de 100 mL;
- Tubos de Nessler de 25 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;
- Estufa con regulador de temperatura;
- Mufla con regulador de temperatura, y
- Baño de agua con control de temperatura.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Para azúcares refinado, blanco especial y estándar:

6.1.1 En un vaso de precipitados, disolver 10 g de azúcar con 20 mL de agua y transferir la solución a un embudo de separación de 100 mL, usando únicamente 5 mL más de agua para desprender la solución adherida a las paredes del vaso e incorporarla al embudo.

6.1.2 Agregar 2.5 mL de ácido clorhídrico concentrado, tapar el embudo y agitar durante 5 minutos. Agregar 5 a 6 gotas de indicador azul de bromotimol y con una bureta poco a poco agregar solución amoniacal hasta obtener un color azul intenso, después agregar 1,5 mL para garantizar un pH entre 9 y 11,5, necesario para lograr una completa extracción del plomo. Agregar 1 mL de



- solución de citrato de amonio y 1 mL de solución de cianuro de potasio para eliminar la interferencia de otros iones.
- 6.1.3** Con una bureta de 5 mL, agregar solución de ditizona, hasta que aparezca el color rojo ladrillo característico del complejo ditizona plomo. Cuando la intensidad del color ya no aumente, agregar un exceso de ditizona para asegurar que todo el plomo ha reaccionado, agitar vigorosamente el embudo hasta que desaparezca poco apoco el color rojo y reaparezca el azul. Dejar separar las dos capas y la inferior que contiene el complejo disuelto en el cloroformo, en el cual esta disuelta la ditizona, transferirla a otro embudo de separación de la misma capacidad, incorporando el lavado que se hace en la capa superior con unas gotas de cloroformo.
- 6.1.4** Agregar 10 mL de ácido nítrico diluido y agitar vigorosamente de manera que el plomo sea transferido a la fase acuosa, lo que se detecta por una recuperación del color verde en la fase del cloroformo. En caso de no obtener el color verde, añadir más ácido nítrico diluido. Desechar la fase de cloroformo agotada.
- 6.1.5** Determinación del plomo: A la capa que queda en el embudo, agregar 0,2 mL de solución de citrato de amonio, 5 gotas de solución amoniaca y 0,2 mL de solución de cianuro de potasio. Inmediatamente después y sin dejar de agitar, con la bureta de 2 mL, agregar poco a poco la solución de ditizona hasta que la intensidad del color rojo ya no aumente, en ese momento se completa la reacción. Agitar el embudo de separación hasta que el color rojo cambie al azul. El contenido total del embudo se lleva a los tubos de Nessler de 25 mL.
- 6.1.6** Preparar un blanco, colocando en otro embudo de separación de 100 mL, 25 mL de agua, 5 gotas de indicador azul de bromotimol, 5 gotas de solución amoniaca y 0,2 mL de cianuro de potasio. Agregar la misma cantidad de solución de ditizona que se usa en la muestra, con la bureta de 2 mL y agitando el embudo de separación, agregar la solución estándar de plomo diluida hasta que el color de la solución colocada en el tubo de Nessler de 25 mL, sea igual a la del tubo correspondiente a la muestra.
- 6.2** Para azúcares crudos (mascabado):



- 6.2.1** Se requiere un primer paso de incineración para eliminar la materia orgánica. En la capsula de níquel o en el crisol de platino, pesar 5 g de azúcar y tratarlos con 10 mL de solución de nitrato de magnesio. Evaporar a sequedad y llevar a la mufla a una temperatura no mayor de 500 °C (no exceder esta temperatura ya que algunos compuestos de plomo pueden volatilizarse). La ceniza se disuelve en 1 mL de ácido clorhídrico concentrado y se diluye con 25 mL de agua. Después de calentar en el baño de agua durante 15 minutos a temperatura de ebullición, el contenido de plomo se determina siguiendo los pasos 6.1.2 a 6.1.6, sin agregar ninguna cantidad adicional de ácido clorhídrico.

7 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

- 7.1** Para azúcares refinado, blanco especial y estándar:

El contenido de plomo se expresa en mg Pb/Kg de azúcar según la fórmula:

$$\text{Contenido de Pb} = \frac{10 V}{W}$$

Donde:

V es el volumen en mL de solución estándar de plomo diluida, empleados en el análisis del paso 6.1.6.

W es el gramo de muestra empleada en el análisis.

- 7.2** Para azúcares crudos (mascabado):

El contenido de plomo se expresa en mg Pb / Kg de azúcar, empleando la fórmula anterior.



8 VIGENCIA

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

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.
- GS2/3-24 (1998) Determinación de plomo en azúcares y jarabes mediante un método de GFAAS – Oficial, International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA), 2009.
- GS2/1/3-27 (1994) Determinación de plomo en productos azucarados mediante un método colorimétrico – Aceptado, International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA), 2009.

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 19 de septiembre de 2012

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