



NORMA MEXICANA

NMX-F-495-SCFI-2012

**DETERMINACIÓN DE AZÚCARES REDUCTORES
DIRECTOS EN AZÚCAR DE CAÑA
(CANCELA A LA NMX-F-495-1986)**

**SUGAR AND ALCOHOL INDUSTRY- DETERMINATION OF
REDUCERS DIRECT SUGARS IN SUGAR CANE**



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	2
4	REACTIVOS Y MATERIALES	3
5	INTRUMENTOS	5
6	PROCEDIMIENTO	5
7	VIGENCIA	9
8	BIBLIOGRAFÍA	10
9	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	10
10	APÉNDICE INFORMATIVO A	11



NORMA MEXICANA

NMX-F-495-SCFI-2012

INDUSTRIA AZUCARERA Y ALCOHOLERA - DETERMINACIÓN DE AZÚCARES REDUCTORES DIRECTOS EN AZÚCAR DE CAÑA (CANCELA A LA NMX-F-495-1986)

SUGAR AND ALCOHOL INDUSTRY- DETERMINATION OF REDUCERS DIRECT SUGARS IN SUGAR CANE

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

La presente norma mexicana establece los métodos para determinar reductores directos en azúcares.

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

Se basa en la propiedad que tienen los monosacáridos y otras sustancias reductoras presentes en soluciones de azúcar, en reducir el cobre en estado cúprico a óxido cuproso; donde la cantidad de cobre reducido está en proporción con los azúcares reductores, comúnmente expresados como azúcar invertido.



4 REACTIVOS Y MATERIALES

4.1 Reactivos Método A

Los reactivos deben ser de grado analítico y el agua destilada o desionizada.

- Solución de Müller, que se prepara de la siguiente manera: En un vaso de precipitados de 500 mL, colocar 35 g de sulfato de cobre pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$); disolverlos en aproximadamente 400 mL de agua caliente (casi a la temperatura de ebullición); vaciar la solución a un matraz aforado de 1,000 mL, arrastrando con agua los restos de solución de las paredes del vaso de precipitados. En otro vaso de precipitados de 600 mL, disolver en aproximadamente 500 mL de agua caliente (casi a la temperatura de ebullición), 173 g de tartrato de sodio y potasio tetrahidratado ($\text{KNaC}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) y 68 g de carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3). Las dos soluciones se enfrían hasta la temperatura ambiente. La solución de carbonato de sodio y tartrato de sodio y potasio se vierte sobre la solución de sulfato de cobre que se encuentra en el matraz aforado de 1,000 mL; se lleva al aforo con agua; se agregan 2 g de carbón activado; se agita vigorosamente y se filtra a través de papel filtro resistente al vacío. Si la solución se almacena por un tiempo y precipita óxido cuproso, debe filtrarse nuevamente antes de usarse;
- Solución 5 N de ácido acético.
- Solución 0,0333 N de yodo en agua;
- Solución 0,0333 N de tiosulfato de sodio en agua. Esta solución se estabiliza con solución 1 N de hidróxido de sodio (3 mL para 1,000 mL), y
- Solución indicadora de almidón. Se prepara disolviendo 1 g de almidón base seca en 100 mL de solución saturada de cloruro de sodio (NaCl).



4.2 Reactivos Método B

- Solución de azul de metileno al 1%;
- Solución Fehling "B", y
- Agua destilada.

4.3 Materiales Método A

- Baño de agua, termostáticamente controlado a $20\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$;
- Bureta de 50 mL graduada en 0,1 mL;
- Cápsula de níquel de capacidad adecuada;
- Fuente de calor con regulador de temperatura;
- Matraces aforados de 100 mL y 1,000 mL;
- Matraz Erlenmeyer de 300 mL;
- Papel filtro para análisis de azúcar;
- Pipeta volumétrica de 10 mL, y
- Vasos de precipitados de 500 mL y 600 mL.

4.4 Materiales Método B

- Matraz Erlenmeyer de 500 mL. con junta 24/40;
- Pipeta graduada de 1 mL;
- Cápsula de níquel;



- Refrigerante de reflujo con junta 24/40, y
- Pizeta.

5 INSTRUMENTOS

5.1 Método A

- Agitador eléctrico, y
- Balanza con sensibilidad de $\pm 0,1$ g máximo. Este instrumento debe contar con informe vigente de calibración y/o verificación con patrones certificados.

5.2 Método B

- Balanza con sensibilidad de $\pm 0,1$ g máximo. Este instrumento debe contar con informe vigente de calibración y/o verificación con patrones certificados;
- Cronómetro, y
- Parrilla eléctrica.

6 PROCEDIMIENTO

6.1.1 Método del Instituto de Berlín (Método A)

Azúcares refinado (máximo 0,05 % en peso de reductores), blanco especial (máximo 0,06 % en peso de reductores), estándar (máximo 0,1 % en peso de reductores) y crudo (mascabado) (máximo 0,9 % en peso de reductores).



- 6.1.1.1** Pesar 30 g de azúcar refinado (conteniendo no más de 30 mg de azúcares reductores); colocarlos en un matraz Erlenmeyer de 300 mL; agregar agua hasta un volumen aproximado de 100 mL y agitar hasta disolución total. Agregar 10 mL de solución de Müller y agitar para mezclar bien. Colocar el matraz en el baño de agua en ebullición, de tal manera que el nivel del agua del baño quede aproximadamente 2 cm arriba de la superficie del líquido contenido en el matraz. Conservar el matraz en el baño de agua hirviendo durante 10 minutos \pm 5 segundos.
- 6.1.1.2** Después del calentamiento, enfriar el matraz rápidamente al chorro de agua, sin agitarlo, tapando la boca con un vaso pequeño de precipitados. La solución fría se acidifica con 5 mL de ácido acético 5 N e inmediatamente, con una bureta, se agrega un exceso de solución 0,0333 N de yodo (20 mL a 40 mL). Ambas adiciones se hacen sin agitación para evitar la oxidación del óxido cuproso por el aire. Al terminar las adiciones, se mezclan perfectamente.
- 6.1.1.3** Cuando el precipitado se disuelve totalmente, el exceso de yodo se titula con solución 0,0333 N de tiosulfato de sodio, agregando unas cinco gotas de indicador de almidón, poco antes de que se alcance el punto final, el cual queda determinado al desaparecer el color azul.
- 6.1.2 EXPRESIÓN DE RESULTADOS**
- 6.1.2.1** La diferencia entre los volúmenes de las soluciones de yodo agregado y tiosulfato usado en la titulación, es igual al volumen de la solución de yodo gastado en la reacción.

Este volumen en mL es corregido restando las siguientes tres correcciones.

Nota 1: Corrección por una prueba en blanco: En vez de azúcar, se emplea una cantidad igual de agua y se procede igual que en 6, tomando para el caso de la misma solución de Müller ya preparada.



La diferencia entre los mL de solución de tiosulfato gastados en la titulación con agua y los mL de solución de yodo agregados, no debe exceder de $\pm 0,1$ mL.

Nota 2: Corrección en frío: Esta corrección es por los reductores que se forman después de acidificar y se logra haciendo una titulación después de enfriar poniendo el matraz al chorro de agua antes de acidificar.

Se agrega la misma cantidad de solución 0,0333N de yodo que se indicó antes y se titula el exceso con solución 0.0333N de tiosulfato. La diferencia entre los mL de solución de tiosulfato gastados en las titulaciones después y antes de acidificar, es el volumen que hay que restar para corregir por este concepto.

Nota 3: Corrección por sacarosa: Por la influencia de los reactivos sobre la sacarosa, ésta se reduce ligeramente (0,2 mL de solución de yodo por cada g de azúcar presente).

Después de corregir restando estos volúmenes, 1 mL de solución de yodo es equivalente a 1 mg de azúcar invertido.

El resultado se obtiene con la fórmula siguiente:

$$r = \frac{(V \cdot V' - a - b - c)(100)}{(m)(1000)}$$

Donde:

- r es el porcentaje de reductores directos en la muestra de azúcar refinado;
- V son los mL de solución de yodo agregados;
- V' son los mL de solución de tiosulfato usados en la titulación;
- m son los g de azúcar empleados;
- a es la corrección por una prueba en blanco;
- b es la corrección en frío, y
- c es la corrección por sacarosa.



Ejemplo:

- V es igual a 26,3 mL;
V' es igual a 8 mL;
m es igual a 30 g;
a es igual a 0,1 mL;
b es igual a 0,2 mL, y
c es igual a $0,2 \times 30 = 6$ mL.

$$r = \frac{(26,3 - 8 - 0,1 - 0,2 - 6) (100)}{(30) (1\ 000)} = \frac{(12) (100)}{30\ 000} = 0,04$$

NOTA 4: En el caso de azúcar blanco especial y estándar, se emplean 20 g de azúcar, y en el caso de mascabado (crudo) se emplean 15 g de azúcar. Para algunos materiales del proceso de elaboración de azúcar que contengan entre 0,02 % y 0,9 % en peso de reductores, se aplicará este método, teniendo en cuenta que la cantidad de muestra que interviene en la prueba, no debe contener más de 30 mg de reductores.

6.1.3 REPETIBILIDAD

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 0,1 mL de la solución de yodo correspondiente a la reacción. En caso contrario repetir la determinación. El resultado será el promedio aritmético de las mismas.

6.2.1 Método Baerts and Binard´s para azúcar refinado (Método B):

6.2.1.1 Homogeneizar la muestra.

6.2.1.2 Pesar 10 g



- 6.2.1.3 Depositar en el matraz, con ayuda de la pizeta, agregar agua a la cápsula para arrastrar cualquier residuo que pudiera quedar en ella.
- 6.2.1.4 Disolver perfectamente.
- 6.2.1.5 Agregar 0,5 mL de azul metileno al 1 %.
- 6.2.1.6 Agregar 0,5 mL de solución Fehling "B".
- 6.2.1.7 Completar a 50 mL. con agua destilada.
- 6.2.1.8 Acoplar el matraz al refrigerante con sus conexiones correspondientes.
- 6.2.1.9 Colocar el matraz sobre la parrilla previamente conectada.
- 6.2.1.10 Cuando la ebullición sea constante, poner en marcha el cronómetro.
- 6.2.1.11 Detener el cronómetro cuando haya terminado la decoloración.
- 6.2.1.12 Anotar el tiempo requerido para la decoloración

6.2.2 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Determinar el % de azúcares reductores: En el eje de las "x" ubicar el tiempo de decoloración obtenido, interceptar con la curva y leer en el eje "y" el porcentaje (véase Apéndice Informativo A).

Ejemplo:

Tiempo de decoloración = 9 min

Valor obtenido en la gráfica = 0,021% de azúcares reductores.

7 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**.



8 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.

- GS1/3/7-3 (2005*) Determinación de azúcares reductores en azúcar crudo de caña, en productos del proceso de la caña y en especialidades de azúcar mediante el método de Lane y Eynon a volumen constante – Aceptado, International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA), 2009.

- GS1-5 (1998) Determinación de azúcares reductores en azúcar de caña crudo mediante el procedimiento Luff School – Oficial, International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA), 2009.

- GS2/3/9-5 (2007) Determinación de azúcares reductores en azúcar purificado mediante el método EDTA de Knight y Allen – Oficial, International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA), 2009.

- GS2/9-6 (2007) Determinación de azúcares reductores en azúcar blanco y en azúcar blanco de plantación por el método volumétrico de Ofner modificado – Oficial, International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA), 2009.

- Pieter Honig (1953); Principles of sugar technology; Elsevier Pub Co; Amsterdam.

- Sugar Cane Factory Analytical Control, Payne, J.H., 5th Ed., Publishing 1968 by Elsevier in Amsterdam, New York; Page 848.

9 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

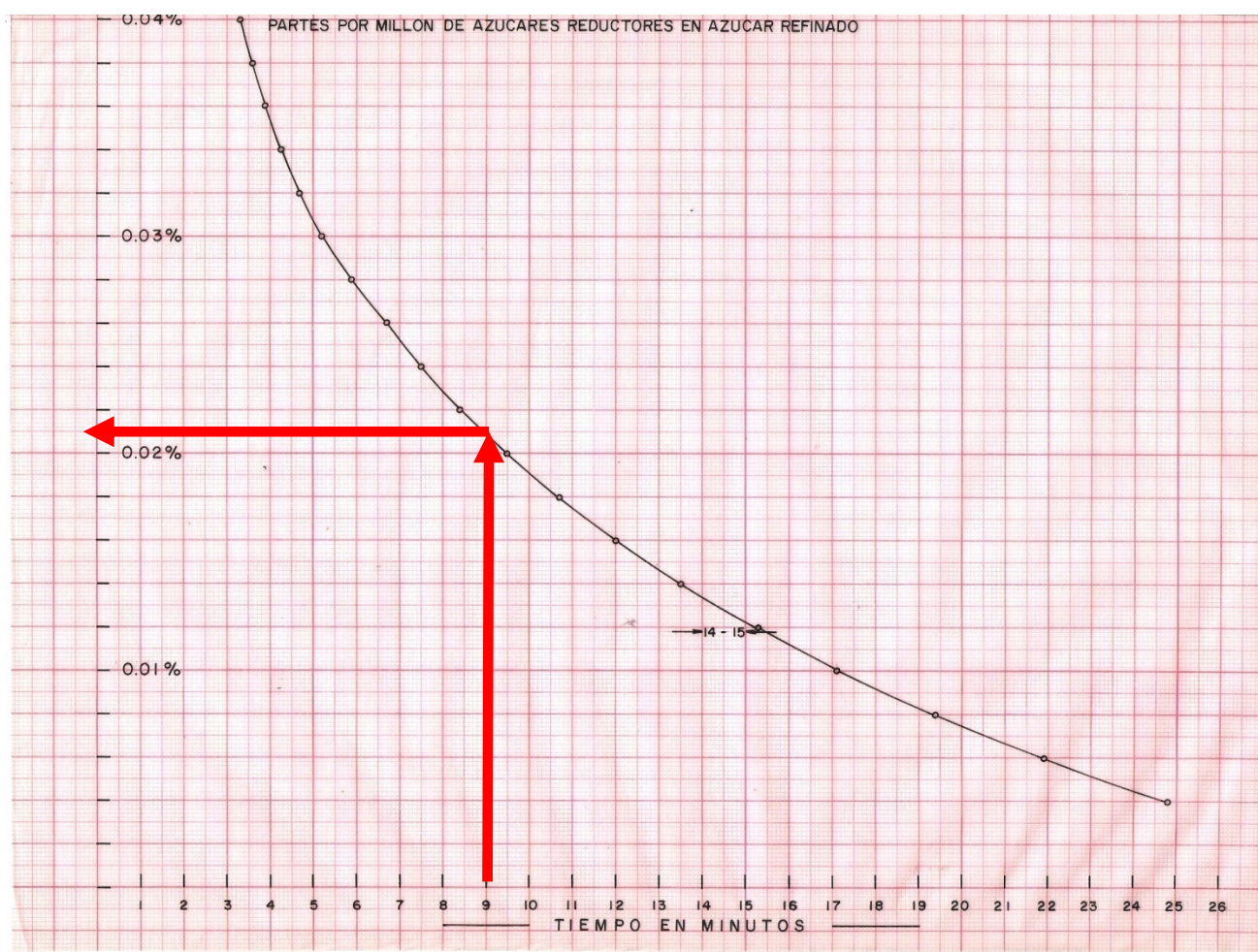
Esta norma mexicana no coincide con ninguna norma internacional, por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

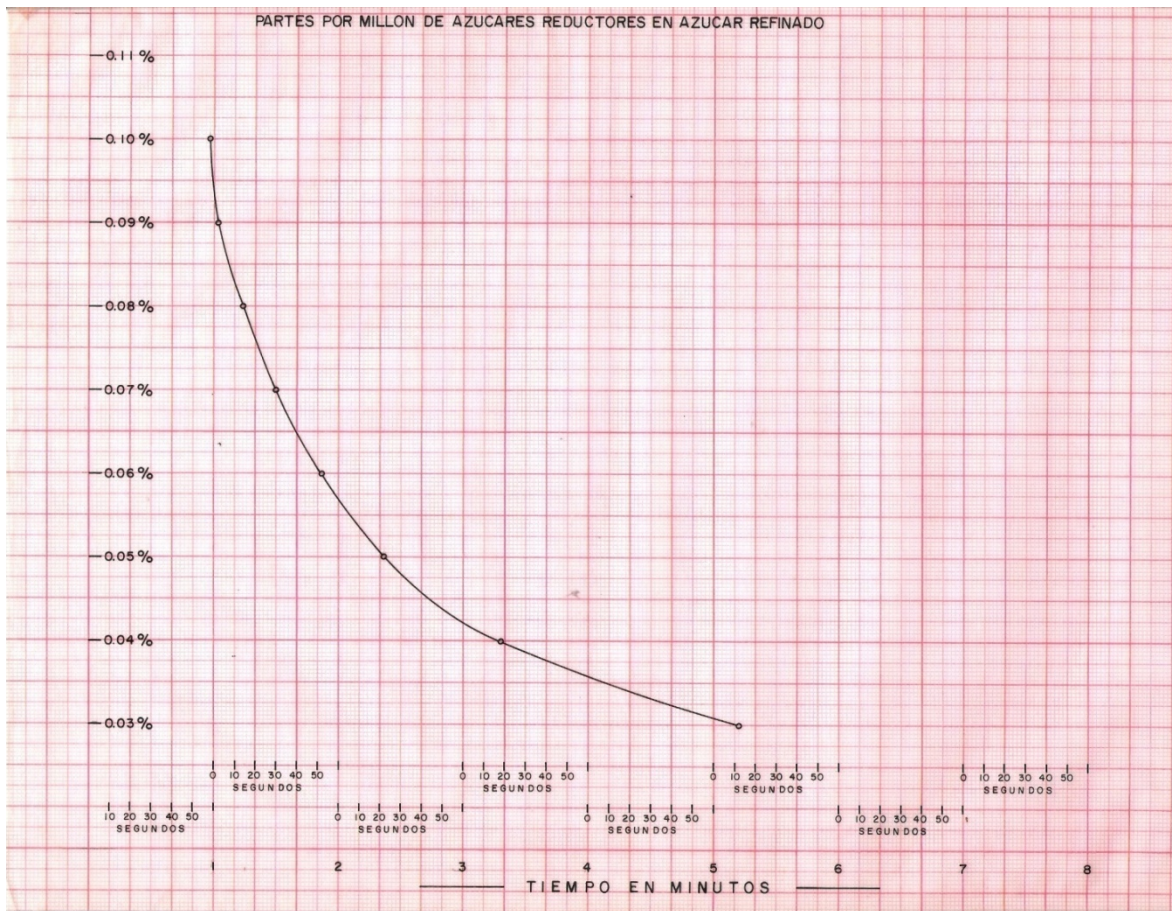
10 APÉNDICE INFORMATIVO A

Grafica 1: Porcentaje de azúcares reductores en azúcar refinado





SECRETARÍA DE
ECONOMÍA



México, D.F., a

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