



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NORMA MEXICANA

NMX-F-190-SCFI-2013

CAFÉ TOSTADO MOLIDO – DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD – MÉTODO KARL FISCHER (MÉTODO DE REFERENCIA)

**ROASTED GROUND COFFEE – DETERMINATION OF MOISTURE
CONTENT – KARL FISCHER METHOD (REFERENCE METHOD)**



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-F-190-SCFI-2013

PREFACIO

La presente norma mexicana se basa en el estándar internacional ISO 11817:1994 *Roasted ground coffee – Determination of moisture content – Karl Fischer method (reference method)* e incluye adicionalmente los Capítulos 12 Vigencia, 13 Bibliografía y 14 Concordancia con Normas Internacionales, conforme al inciso d) del 3.1.2.2 de la NMX-Z-013/1-1977.

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

- AGROINDUSTRIAS UNIDAS DE MÉXICO, S.A. DE C. V.
- ASOCIACIÓN MEXICANA DE LA CADENA PRODUCTIVA DEL CAFÉ, A.C. (AMECAFÉ).
- ASOCIACIÓN MEXICANA DE CAFÉS Y CAFETERIAS DE ESPECIALIDAD, A.C.
- ASOCIACIÓN MEXICANA DE EXPORTADORES DE CAFÉ, A. C.
- ASOCIACIÓN NACIONAL DE LA INDUSTRIA DEL CAFÉ, A.C.
- CAFÉ TOSTADO DE EXPORTACION, S.A. DE C.V.
- CAFÉS FINOS DE CÓRDOBA, S.A., DE C.V.
- CAFIVER, S.A DE C.V.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES, GRASAS, JABONES Y DETERGENTES (CANAJAD).
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL PARA CAFÉ Y SUS PRODUCTOS (CTNN_CAFÉ).
- DESCAFEINADORES MEXICANOS, S. A. DE C. V. (DESCAMEX).
- NESTLÉ MÉXICO, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES FORESTALES, AGRÍCOLAS Y PECUARIAS (INIFAP).



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- INSTITUTO NACIONAL DE CIENCIAS MÉDICAS Y NUTRICIÓN
"SALVADOR ZUBIRÁN"
- INSTITUTO MEXICANO DE EDUCACIÓN PARA EL CONSUMO, A.C.
- SABORMEX, S.A. DE C.V.
- SECRETARÍA DE AGRICULTURA, GANADERÍA, DESARROLLO
RURAL, PESCA Y ALIMENTACIÓN (SAGARPA).

Subsecretaría de Agricultura. Dirección General de Fomento a la
Agricultura.
- SECRETARÍA DE ECONOMÍA (SE).

Dirección General de Normas.
- SOCIEDAD MEXICANA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN,
S.C.
- UNIVERSIDAD LA SALLE.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-F-190-SCFI-2013

INDICE DEL CONTENIDO

	Número de Capítulo	Página
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	1
2	REFERENCIAS	1
3	DEFINICIONES	2
4	PRINCIPIO	2
5	REACTIVOS Y MATERIALES	2
6	EQUIPO	3
7	MUESTREO	5
8	PREPARACIÓN DE LA MUESTRA	5
9	PROCEDIMIENTO	5
10	EXPRESIÓN DE RESULTADOS	8
11	REPORTE DE LA PRUEBA	9
12	VIGENCIA	10
13	BIBLIOGRAFÍA	10
14	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	11
	APÉNDICE INFORMATIVO A	12



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-F-190-SCFI-2013

CAFÉ TOSTADO MOLIDO – DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD – MÉTODO KARL FISCHER (MÉTODO DE REFERENCIA)

**ROASTED GROUND COFFEE – DETERMINATION OF MOISTURE
CONTENT – KARL FISCHER METHOD (REFERENCE METHOD)**

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

La presente norma mexicana especifica uno de los métodos utilizados para la determinación del contenido de humedad en café tostado molido (método de titulación Karl Fischer).

2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de la presente norma mexicana se deben consultar las siguientes normas mexicanas vigentes o las que las sustituyan:

NMX-F-013-SCFI-2010 Café puro tostado, en grano o molido, sin descafeinar o descafeinado – Especificaciones y Métodos de Prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 10 de marzo de 2010.

NMX-F-586-SCFI-2008 Café y su productos – Vocabulario – Términos y definiciones. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 16 de diciembre de 2008.

La Dirección General de Normas de la Secretaría de Economía aprobó la presente norma, cuya declaratoria de vigencia fue publicada en el Diario Oficial de la Federación el: 20 de noviembre de 2013



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

3 DEFINICIONES

3.1 Contenido de humedad:

Contenido de humedad, extraído con metanol seco en concordancia con el procedimiento especificado en la presente norma mexicana.

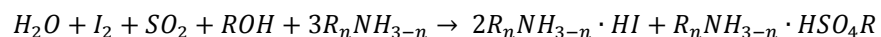
El contenido de humedad se expresa como porcentaje en peso.

4 PRINCIPIO

Extracción de la porción de la muestra con metanol seco a 65 °C (temperatura de ebullición) bajo reflujo con exclusión de humedad. Después de enfriar, titular una alícuota del extracto retenido en un aparato Karl Fischer hasta que el punto final de titulación sea alcanzado de acuerdo al método biamperométrico (voltametría).

4.1 Reacción

Durante la determinación del contenido de humedad de acuerdo al método Karl Fischer, el agua presente en la muestra reacciona en presencia de una amina y un alcohol con yodo y dióxido de azufre:



Donde:

R: es un grupo alquil o alcoxil.

El punto final de la reacción es obtenido electrométricamente por un excedente de yodo.

5 REACTIVOS Y MATERIALES

Es importante que el laboratorio reciba una muestra que sea verdaderamente representativa y no haya sido dañada o alterada durante su traslado y almacenamiento.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

Usar solo reactivos con el grado analítico requerido, y cuando se indique el uso de agua, esta debe ser destilada, desmineralizada o de pureza equivalente.

- 5.1 Reactivo Karl Fischer.
- 5.2 Metanol, que contenga no más de 0.01 % (m/m) de agua.
- 5.3 Tamiz molecular de 0.3 nm, en forma de perlas con diámetro aproximado de 2 mm y densidad aparente (caída libre) de aproximadamente 75 g por 100 mL.

6 EQUIPO

Equipo de laboratorio usual y, en particular, el siguiente:

- 6.1 Horno de secado, capaz de ser operado a $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, para almacenamiento constante de material de vidrio.
 - 6.2 Balanzas Analíticas.
 - 6.2.1 Ultra micro balanza, capaz de pesar con una exactitud de 0.0001 g para la determinación del título del reactivo Karl Fischer.
 - 6.2.2 Micro balanza, capaz de pesar a 0.001 g para el peso de la porción de la muestra.
 - 6.3 Equipo para reflujo.
 - 6.3.1 Dispositivo de calentamiento, apropiado para matraz de fondo redondo de 100 mL; el nivel de calentamiento debe ser mantenido por medio de un regulador tiristor.
 - 6.3.2 Matraz de fondo redondo de 100 mL con boca cónica esmerilada.
- NOTA 1:** Se requieren al menos tres matraces.
- 6.3.3 Condensador de reflujo de 25 cm a 30 cm de longitud, con junta cónica esmerilada.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

6.3.4 Tubos de secado, con capacidad de llenado de aproximadamente 40 g de tamiz molecular (6.3); cambiar diariamente.

6.4 Equipo para titulación

NOTA 2: Para la determinación del contenido de humedad de acuerdo al método Karl Fischer, el equipo completo de titulación, consta de dos partes (indicadas de 6.4.1 a 6.4.5), las cuales están disponibles comercialmente.

6.4.1 Indicador de punto final, para titulación de acuerdo al método biamperométrico (voltimetría).

6.4.2 Electrodo doble de platino

6.4.3 Agitador magnético, equipado con barra magnética cubierta de politetrafluoroetileno.

6.4.4 Recipiente de titulación, de aproximadamente 100 mL de capacidad, con al menos tres orificios de vidrio.

Conectar uno de los orificios de vidrio a la bureta, colocar el electrodo doble de platino en la segunda y usar la tercera para adicionar el reactivo y la muestra. Una tapa con descarga en la parte superior del recipiente es una ventaja. Conectarla al recipiente con un tubo capilar teniendo un volumen de no más de 0.5 mL. Los recipientes de titulación sin tapa con descarga, deben tener cuatro ranuras de vidrio. Vaciarlas por medio de un tubo de vidrio estirado hacia afuera hasta un capilar logrando llegar al fondo del recipiente.

6.4.5 Bureta, graduada en intervalos de 0.05 mL, recipiente para reactivo y tubos de secado.

Cuando se utilizan dispositivos de titulación automáticos, el intervalo mínimo depende de la información del fabricante (ej. 0.02 mL).

Proteger el recipiente para reactivo, la bureta y el reactivo Karl Fischer (5.1) de la luz. Cerrar todos los orificios ventilados en el recipiente de titulación e incluso los tubos de secado, los cuales han sido cargados con un agente de



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

secado efectivo o tamiz molecular, o con receptores de secado llenos del reactivo (5.1), con el fin de excluir la influencia de la humedad del aire.

- 6.5 Jeringa, para mediciones de 30 μ L a 40 μ L de agua para la determinación del título (por ejemplo, micro-jeringa comercial de 0.05 mL).
- 6.6 Desecador, que contenga un agente de secado efectivo, por ejemplo, sílica gel con indicador de humedad, o tamiz molecular.
- 6.7 Probeta, de 100 mL de capacidad, graduada con escala de 1 mL.
- 6.8 Pipetas, de 5 mL, 10 mL y 50 mL de capacidad.

7 MUESTREO

Es importante que el laboratorio reciba una muestra verdaderamente representativa y no haya sido dañada o cambiada durante la transportación o el almacenamiento.

8 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

- 8.1 Café tostado molido
Mezclar completamente la muestra de laboratorio.
- 8.2 Café tostado molido al vacío
Una unidad del empaque original debe considerarse como muestra de análisis.

9 PROCEDIMIENTO

- 9.1 Determinación del título del reactivo (5.1)

Para una dosis exacta de cantidades pequeñas de agua, usar jeringa (6.5); la descarga se obtiene por diferencia de pesos con la ultra micro balanza (6.2.1).



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

Determinar el volumen requerido mediante varias titulaciones (9.6) de 30 mg a 40 mg de agua y calcular el título, T , de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$T = \frac{m}{V}$$

Donde:

m : es la masa, en miligramos, del agua utilizada; y

V : es el volumen, en mililitros, del reactivo (5.1) utilizado.

9.2 Preparación del material de vidrio

Mantener todo el material de vidrio requerido en el horno (6.1) a 40 °C. Antes de usar, permitir que el material de vidrio se enfríe a temperatura ambiente en el desecador (6.6) y almacenarlo ahí.

9.3 Preparación del aparato de reflujo

Colocar 75 mL de metanol (5.2) en un matraz de fondo redondo de 100 mL (6.3.2). Ajustar el nivel de calentamiento en el dispositivo de calentamiento (6.3.1) con el suministro de agua frío cerrado, por medio del regulador de tiristor, de tal manera que el metanol condense en el extremo superior del condensador de reflujo (6.3.3). Anotar el nivel de calentamiento. Entonces, cerrar el aparato con el tubo de secado (6.3.4) y hervir el metanol sin alterar el nivel de calentamiento por 30 min bajo reflujo. Abrir el suministro de agua fría y permitir que el aparato se enfríe. No remueva el matraz hasta que el aparato se haya enfriado a temperatura ambiente.

Después de esta preparación, remover el agua adherida de la superficie interna del condensador de reflujo. Inmediatamente después de haber removido el matraz, cerrar el aparato de reflujo así preparado con el matraz de fondo plano que contiene un agente desecante (tamiz molecular o sílica gel con indicador de humedad).

9.4 Determinación del valor del blanco

Pipetear 50 mL de metanol seco en un matraz de fondo redondo seco de 100 mL (6.3.2) y hervir con suministro de agua fría por 30 min. Entonces, permitir



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

enfriar el matraz de fondo redondo, removerlo del aparato y cerrar el matraz de inmediato.

Tomar una alícuota de 10 mL para la titulación del valor del blanco y titularlo como se describe en 9.5 y 9.6. Registrar el volumen de reactivo Karl Fischer utilizado.

9.5 Extracción de muestras

Pesar, con una precisión de 0.001 g, aproximadamente 3 g de la porción de muestra (véase 8) en un matraz de fondo redondo de 100 mL. Adicionar 50 mL de metanol seco por medio de una pipeta y cerrar el frasco inmediatamente.

Unir el matraz de fondo redondo al condensador de reflujo y calentar el contenido al mismo nivel de calentamiento que se describe en 9.3 (utilizando como referencia el nivel de calentamiento registrado previamente en el regulador de tiristor) con suministro de agua fría hasta el inicio del reflujo. Luego permitir que el matraz de fondo redondo se enfríe a temperatura ambiente, removerlo del condensador de reflujo y cerrar el matraz inmediatamente.

9.6 Preparación del aparato de titulación

Preparar el aparato de titulación (6.4) de acuerdo con las instrucciones del fabricante. La estanqueidad del aire del recipiente de titulación es especialmente importante.

NOTA 3: Una medición que indique falta de estanqueidad refleja una fuga ($\mu\text{g H}_2\text{O}$ por min) del sistema. Esto puede estar entre 10 $\mu\text{g}/\text{min}$ y 60 $\mu\text{g}/\text{min}$ dependiendo de la humedad del aire del ambiente. La determinación de fugas es realizada de acuerdo a las instrucciones del fabricante del titulador Karl Fischer utilizado y no debe exceder 60 $\mu\text{g}/\text{min}$ para la determinación.

Colocar 35 mL de metanol seco (receptor) en el recipiente de titulación. Tener cuidado que las partes metálicas del electrodo doble de platino (6.4.2) están inmersas completamente.

Diariamente, antes de cada uso, acondicionar el sistema (seudo titulación) por 20 min, donde el agua adherida es removida completamente.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

9.7 Determinación

Dependiendo del contenido de agua esperado de las muestras de café tostado molido, tomar una alícuota de 10 mL [contenido de agua <3 % (m/m)] o 5 mL [contenido de agua >3 % (m/m)] de la muestra extraída de acuerdo con 9.5 y pipetear rápidamente en el recipiente de titulación preparado de acuerdo a 9.6 abriendo el recipiente por el menor tiempo posible.

Iniciar la titulación automática mientras se agita con un agitador magnético (6.4.3). La dosis del reactivo y el reconocimiento del punto final es controlado automáticamente por el aparato.

Ajustar el aparato de modo que la titulación electrónica finalice si no ocurre cambio en el potencial por más de 15 mV durante 20 s.

Realizar tres titulaciones de cada extracto (o para la determinación del valor del blanco). No cambiar el receptor (9.6). Usar el promedio aritmético de los resultados de las tres titulaciones como un valor para el cálculo (10.1).

10 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

10.1 Cálculos

El contenido de humedad del café tostado molido, w_w , expresado como porcentaje por peso de la muestra, es calculado de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$w_w = \left(V_4 - \frac{V_3 \times V_2}{V_5} \right) \times T \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{100}{m_E}$$

Donde:

T: es el título (9.1) del reactivo Karl Fischer, en miligramos de agua por mililitro;

m_E : es el peso de la porción de la muestra, en miligramos;

V_1 : es el volumen de metanol, en mililitros, usado en la titulación;

V_2 : es el volumen de la alícuota, en mililitros, usado en la titulación;



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- V_3 : es el volumen, en mililitros, del reactivo Karl Fischer (5.1) usado en la titulación del valor del blanco (9.4);
- V_4 : es el volumen de metanol, en mililitros, del reactivo Karl Fischer (5.1) usado en la titulación del extracto de la muestra (9.7);
- V_5 : es el volumen de la alícuota de metanol, en mililitros, usado para la determinación del valor del blanco (9.4).

Redondear el resultado a un valor decimal.

10.2 Precisión

Resultados de una prueba interlaboratorio se indican la tabla 1. La prueba interlaboratorio fue realizada usando las muestras empacadas al vacío exclusivamente.

10.2.1 Repetibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados sencillos independientes obtenidos con materiales idénticos en el mismo laboratorio realizado por los mismos analistas usando el mismo equipo dentro de un corto intervalo de tiempo no debe exceder de 0.14 %.

10.2.2 Reproducibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados sencillos independientes obtenidos usando el mismo método con materiales idénticos en diferentes laboratorios, realizado por distintos analistas usando equipo diferente, no debe exceder de 0.25 %.

11 REPORTE DE PRUEBA

El reporte de prueba debe especificar:

- El método utilizado;
- El resultado obtenido;



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- Si la repetibilidad ha sido verificada, la cita final del resultado obtenido.

Asimismo, deben reportarse todos los detalles operativos no especificados en el presente procedimiento o aquellos que sean considerados como opcionales, junto con los detalles de cualquier incidente que pudieran haber influido en el resultado de la prueba.

El reporte de prueba debe incluir toda la información necesaria para la identificación completa de la muestra.

12 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**.

13 BIBLIOGRAFIA

- | | |
|------------------|--|
| NMX-Z-013/1-1977 | Guía para la Redacción, Estructuración y Presentación de las Normas Mexicanas. Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977. Publicación del Aviso a los industriales, comerciantes y público en general sobre la Relación de Normas Oficiales Mexicanas que cambian su designación, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 7 de enero de 1982. |
| ISO 760:1978 | Determination of water - Karl Fischer method (General method). Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Primera edición. 1978. |
| ISO 5725:1986 | Precision of test methods - Determination of repeatability and reproducibility for a Standard test method by inter-laboratory tests. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Primera Edición. 1986. |



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

ISO 11817:1994 Roasted ground coffee – Determination of moisture content – Karl Fischer method (reference method). Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Primera Edición. 1994.

14 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

La presente norma mexicana coincide básicamente con la norma internacional ISO 11817:1994 *Roasted ground coffee - Determination of moisture content - Karl Fischer method (Reference method)*, y difiere por la adición del capítulo 2 Referencias, que incorpora el uso de la norma NMX-F-013-SCFI-2010 *Café puro tostado, en grano o molido, sin descafeinar o descafeinado – Especificaciones y Métodos de Prueba*, a la cuál complementa y por la adición de la norma mexicana NMX-F-586-SCFI-2008 *Café y su productos – Vocabulario – Términos y definiciones* la cuál describe el producto al que aplica (café tostado).



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

APÉNDICE INFORMATIVO A

Una prueba interlaboratorio basada en la Norma ISO 5725:1986 (véase 13 Bibliografía) fue realizada en 1988, por el *Deutsches Institut für Normung*, en la cual participaron nueve laboratorios. Cada uno realizó dos determinaciones de la muestra. Los resultados analíticos obtenidos se muestran en la tabla 1.

TABLA 1. Contenido de agua en café tostado

Número de laboratorios considerados después de eliminar valores atípicos	9
Promedio del contenido de humedad (%) (m/m)	4.21
Desviación estándar de la repetibilidad (s_r)	0.050 6
Coefficiente de variación de repetibilidad (%)	1.2
Repetibilidad 2.83 (s_r)	0.14
Desviación estándar de la reproducibilidad (s_R)	0.086 6
Coefficiente de variación de reproducibilidad (%)	2.5
Reproducibilidad 2.83 (s_R)	0.24

México, D.F., a 20 de noviembre de 2013

**EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS
LIC. ALBERTO ULISES ESTEBAN MARINA**