



**NORMA MEXICANA**

**NMX-F-594-SCFI-2013**

**INDUSTRIA AZUCARERA Y ALCOHOLERA – AZÚCAR  
LÍQUIDO - ESPECIFICACIONES**

**SUGAR AND ALCOHOL INDUSTRY – LIQUID SUGAR  
SPECIFICATIONS**



## PREFACIO

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

- CÁMARA NACIONAL DE LAS INDUSTRIAS AZUCARERA Y ALCOHOLERA.
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE LA INDUSTRIA AZUCARERA Y ALCOHOLERA
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE PRODUCTOS AGRÍCOLAS Y PECUARIOS
- COMERCIALIZADORA DE PRODUCTOS BÁSICOS DE MÉXICO S.A DE C.V.
- SECRETARÍA DE AGRICULTURA, GANADERÍA, DESARROLLO RURAL, PESCA Y ALIMENTACIÓN. SUBSECRETARÍA DE AGRICULTURA.  
Dirección General de Fomento a la Agricultura.
- SECRETARÍA DE ECONOMÍA.  
Dirección General de Normas.
- SUCROLIQ S.A.P.I. DE C.V.
- UNIÓN NACIONAL DE PRODUCTORES DE CAÑA DE AZÚCAR, C.N.C., A.C.
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO.  
Facultad de Química.



## ÍNDICE DEL CONTENIDO

<b>Número de Capítulo</b>		<b>Página</b>
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	1
2	REFERENCIAS	1
3	DEFINICIONES	2
4	DESIGNACIÓN Y CLASIFICACIÓN DEL PRODUCTO	3
5	ESPECIFICACIONES	3
6	MÉTODOS DE PRUEBA	5
7	ALMACENAMIENTO Y TRANSPORTE	44
8	VIGENCIA	44
9	BIBLIOGRAFÍA	44
10	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	45



## NORMA MEXICANA

### NMX-F-594-SCFI-2013

# INDUSTRIA AZUCARERA Y ALCOHOLERA- AZÚCAR LÍQUIDO - ESPECIFICACIONES

## SUGAR AND ALCOHOL INDUSTRY- LIQUID SUGAR SPECIFICATIONS

### 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

La presente norma mexicana, establece las especificaciones aplicables al azúcar líquido (cristales de sacarosa disueltos en agua) que se produce y comercializa en territorio nacional.

### 2 REFERENCIAS

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

NOM-008-SCFI-2002	Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de Noviembre de 2002.
NOM-092-SSA1-1994	Bienes y servicios. Método para la cuenta de bacterias aerobias en placa, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 12 de diciembre de 1995.

---

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: 06 de noviembre de 2013



NOM-111-SSA1-1994	Bienes y servicios. Método para la cuenta de mohos y levaduras en alimentos, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 13 de septiembre de 1995.
NOM-114-SSA1-1994	Bienes y servicios - Método para la determinación de Salmonella en alimentos, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 22 de septiembre de 1995.
NOM-117-SSA1-1994	Bienes y servicios. Métodos de prueba para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, estaño, cobre, hierro, zinc y mercurio en alimentos, agua potable y agua purificada por espectrometría de absorción atómica, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 16 de agosto de 1995.
NMX-F-103-NORMEX-2008	Alimentos - Determinación de Grados Brix. Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 19 de mayo de 2009.
NMX-F-612-NORMEX-2003	Alimentos - Conteo de coliformes totales, coliformes fecales y <i>Escherichia coli</i> en alimentos - Método por filtración de membrana (hidrofóbica cuadrículada). Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 19 de agosto de 2003.

### **3 DEFINICIONES**

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

#### **3.1 Azúcar líquido:**

Producto constituido principalmente por cristales de sacarosa disueltos en agua, en una concentración de 67 °Brix.  $\pm$  0,5 °Brix. Se obtiene sometiendo al azúcar de caña a procesos de purificación.



#### **4 DESIGNACIÓN Y CLASIFICACIÓN DEL PRODUCTO**

El producto objeto de la presente norma mexicana, se designa como azúcar líquido.

El azúcar líquido objeto de la presente norma mexicana, se clasifica en tres grados de calidad:

- Grado I
- Grado II
- Grado III

#### **5 ESPECIFICACIONES**

El azúcar líquido, producto objeto de la aplicación de la presente norma mexicana, debe cumplir con las especificaciones indicadas a continuación:

##### **5.1 Sensoriales**

- Olor característico, al de azúcar de caña. No debe presentar olor que sugiera fermentación.
- Sabordulce, característico al de azúcar de caña.

##### **5.2 Color**

El azúcar líquido objeto de la aplicación del presente norma mexicana debe ser translúcido, pudiendo presentar tonalidades que van de transparente hasta color caramelo, conforme a los parámetros establecidos en la tabla 1.

##### **5.3 Materia extraña**

El azúcar líquido objeto de la aplicación de la presente norma mexicana, debe estar libre de cualquier tipo de materia extraña.



#### 5.4 Especificaciones fisicoquímicas

El azúcar líquido objeto de la aplicación de la presente norma mexicana, debe cumplir con las especificaciones fisicoquímicas indicadas en la Tabla 1 (véase tabla 1), que a continuación se detalla:

**Tabla 1. Especificaciones fisicoquímicas para el azúcar líquido**

Parámetros de calidad	Unidad	Valores			Nivel	Método de ensayo (prueba)
		Grado I	Grado II	Grado III		
Brix	%	67,0 ± 0,5	67,0 ± 0,5	67,0 ± 0,5	±	NMX-F-103-NORMEX-2008 (véase 2 Referencias)
Color	U.I.	45	200	600	Máximo	Véase 6.1
Cenizas sulfatadas/conductividad	%	0,04	0,15	0,25	Máximo	Véase 6.2
pH		6,0 – 8,6	6,0 – 8,6	6,0 – 8,6	<b>Intervalo</b>	Véase 6.3
Turbidez	U.I.	20	25	25	Máximo	Véase 6.4
Azúcar Invertido	%	0,5	0,5	0,5	Máximo	Véase 6.8
Dióxido de azufre (sulfitos)	ppm	6	15	20	Máximo	Véase 6.5
Materia insoluble	ppm	10	10	10	Máximo	Véase 6.6
Plomo	ppm	0,1	0,5	0,5	Máximo	NOM-117-SSA1-1994 (véase 2 Referencias)
Arsénico	ppm	1,0	1,0	1,0	Máximo	NOM-117-SSA1-1994 (véase 2 Referencias)
Partículas metálicas (hierro)	ppm	1,0	10,0	10,0	Máximo	NOM-117-SSA1-1994 (véase 2 Referencias)
Potencial floc		Pasa la prueba	N.A.	N.A.		Véase 6.7

U.I. = Unidad ICUMSA

N.A. = No Aplica



## 5.5 Microbiológicas

El azúcar líquido objeto de la aplicación de la presente norma mexicana, debe cumplir con las especificaciones microbiológicas indicadas en la Tabla 2 (véase tabla 2), que a continuación se detalla:

**Tabla 2. Especificaciones microbiológicas para el azúcar líquido**

Concepto	Unidad	Límite	Método de prueba
Mesófilos aerobios	UFC/g	Máximo 20	NOM-092-SSA1-1994 (véase 2 Referencias)
Hongos	UFC/g	< 10	NOM-111-SSA1-1994 (véase 2 Referencias)
Levaduras	UFC/g	< 10	NOM-111-SSA1-1994 (véase 2 Referencias)
<i>Salmonella sp</i>	Sp	Ausente en 25 g	NOM-114-SSA1-1994 (véase 2 Referencias)
<i>Escherichia coli</i>	NMP/g	Ausente	NMX-F-612-NORMEX-2003 (véase 2 Referencias)

**U.F.C. = Unidades Formadoras de Colonias**

**N.M.P. = Número más probable**

## 6 MÉTODOS DE PRUEBA

**6.1** Determinación del color en solución del azúcar blanco a pH 7,0 (Método ICUMSA GS2/3-9)

**6.1.1** Alcance

Este método se emplea para la determinación del color en solución del azúcar.

**6.1.2** Campo de Aplicación

El método es aplicable a toda clase de azúcares cristalizados o azúcares blancos en polvo y jarabes muy puros de color hasta 600 UI, determinado por medio de este método, siempre que sea posible preparar una solución de ensayo filtrada con el procedimiento especificado en el método. El método no es aplicable a azúcares que contengan materias colorantes, enturbiamientos o sustancias aditivas en cantidad tal que no se pueda llevar a cabo una filtración.





### 6.1.3 Definiciones

6.1.3.1 Transmisión de una solución. Si  $I_1$  representa la energía radiante incidente sobre la primera superficie de la solución y  $I_2$  representa la energía radiante que abandona la segunda superficie de la solución, entonces:

$$T = \frac{I_2}{I_1} = \text{transmisión de la solución}$$

( $100T$  = porcentaje de la transmisión)

6.1.3.2 Transmitancia. Si  $T_{\text{soln}}$  representa la transmisión de una célula conteniendo la solución y si  $T_{\text{solv}}$  representa la transmisión de la misma célula o de la célula duplicada que contiene el solvente puro, entonces:

$$T_s = \frac{T_{\text{soln}}}{T_{\text{solv}}} = \text{transmitancia de la solución}$$

6.1.3.3 Absorbancia (extinción). Entonces:

$$A_s = -\log_{10} T_s = \text{absorbancia de la solución}$$

6.1.3.4 Índice de absorbancia (índice de extinción). Si  $b$  representa la longitud (cm) del camino óptico entre las superficies límite de la solución y si  $c$  representa la concentración (g/mL) de la solución de azúcar, entonces:

$$a_s = \frac{A_s}{bc} = \text{índice de absorbancia de la solución}$$

6.1.3.5 Color ICUMSA. El valor del índice de absorbancia multiplicado por 1000 es el denominado color ICUMSA. Los valores que resultan se denominan unidades ICUMSA a pH 7,0 ( $UI_{7,0}$ ).

### 6.1.4 Fundamento

Se disuelve el azúcar en una solución tampón hasta obtener una solución de azúcar con un pH=7,0. Se filtra la solución por un filtro membrana para eliminar la turbidez.



Se mide la absorbancia de la solución filtrada a una longitud de onda de 420 nm y se calcula el color de la solución.

#### 6.1.5 Reactivos

Emplear solamente reactivos de grado analítico reconocido y solamente agua destilada o agua de pureza equivalente.

**6.1.5.1** Solución de trietanolamina (TEA), aprox. 0,1 mol/L. Disolver 7,460 g de trietanolamina líquida en agua, transferir a un matraz aforado de 500 mL y enrasar con agua.

**6.1.5.2** Solución de ácido clorhídrico, aprox. 0,1 mol/L. Con un aparato de llenar pipetas pipetear cuidadosamente 8,9 mL de ácido clorhídrico concentrado (1,18 g/mL) a un matraz aforado de 1 L que esté aproximadamente lleno en sus tres cuartas de agua, mezclar por agitación y enrasar con agua. Alternativamente se puede emplear solución de ácido clorhídrico de 0,1 mol/L que se encuentra comercialmente disponible.

**6.1.5.3** Solución tampón de trietanolamina/ácido clorhídrico (tampón TEA/HCl). Transferir 500 mL de la solución de trietanolamina (6.1.5.1) a un vaso de precipitados de 1 L con un electrodo de pH sumergido en ella y, mientras se agita, ajustar la solución con la solución de ácido clorhídrico a un pH 7,0 (6.1.5.2). Este paso requiere unos 420 mL de la solución de ácido clorhídrico, resultando un volumen final de 920 mL de solución tampón TEA/HCl.

Preparar la solución tampón un día antes de su uso y guardarla en un refrigerador a unos 4 °C aproximadamente. Estabilizar la solución a temperatura ambiente antes de emplearla. Medir el pH del tampón antes de su uso y, si es necesario, ajustar con solución de ácido clorhídrico (6.1.5.2) a pH 7,0, o, en raras ocasiones, con solución de trietanolamina (6.1.5.1).

#### 6.1.6 Aparatos

- Espectrofotómetro o colorímetro capaz de efectuar mediciones de la transmisión de la luz a 420 nm con un ancho de banda lo más bajo posible, p.ej.  $\pm 10$  nm. El instrumento deberá estar equipado con una red de difracción, un prisma o un filtro de interferencias monocromático.



- Celdas ópticas apareadas. Emplear una cubeta de por lo menos 4 cm de longitud. Para azúcares blancos de poco color es preferible una celda de 10 cm o más centímetros de longitud. Puede emplearse una segunda celda de referencia, siempre que un ensayo con agua destilada muestre una identidad de ambas celdas hasta el 0,2 %.
- Filtros de membrana. Preferiblemente de nitrato de celulosa de un tamaño de poro de 0,45  $\mu\text{m}$  y un diámetro de 50 mm.
- Soporte de filtro de membrana. Preferiblemente provisto de un soporte de acero inoxidable.
- Estufa de vacío, desecador de vacío o baño ultrasónico. Para la desaireación de la solución filtrada de azúcar.
- Refractómetro
- Balanza de laboratorio, con resolución de 0,1 g.

#### 6.1.7 Procedimiento

##### 6.1.7.1 Preparación de la muestra

- Mezclar cuidadosamente la muestra de azúcar. Pesar  $50,0 \pm 0,1$  g de la muestra en un matraz de Erlenmeyer de 250 mL, añadir  $50,0 \pm 0,1$  g de agua destilada (6.1.5.3) y disolver el azúcar agitando a temperatura ambiente.
- Filtrar la solución de la muestra a vacío a través de un filtro de membrana a un matraz de Erlenmeyer limpio y seco.
- Desairearla solución filtrada durante 1 hora a temperatura ambiente en una estufa de vacío o en un desecador, o alternativamente, desairear la solución filtrada introduciendo el matraz con la solución de azúcar en un baño ultrasónico durante 3 minutos.
- Medir la materia seca refractométrica (RDS) de la solución con exactitud de  $\pm 0,1$  g/100 g.



### 6.1.7.2 Medida del color

Preparar el instrumento para medir el color según las instrucciones del fabricante y ajustar la longitud de onda a 420 nm. Lavar la célula de medida con solución de azúcar y llenarla. Determinar la absorbancia de la solución empleando el tampón filtrado desaireado como tampón de referencia de color cero.

### 6.1.8 Expresión de resultados

#### 6.1.8.1 Cálculo

Calcular la concentración de sólidos en la solución a partir de la materia seca refractométrica (RDS) medida en (6.1.7.1). Para tener en cuenta la concentración del tampón en la solución de ensayo, multiplicar el valor del RDS medido por el factor 0,989 para obtener el "RSD corregido".

Emplear la materia seca refractométrica (RDS) para obtener la densidad de la solución analizada de la Tabla 3 (véase tabla 3). Entonces la concentración de la solución test es:

$$c = \frac{(\text{RDS corregido}) \times \rho}{10^3} \text{ g/mL}$$

**Tabla 3. Densidad**

% RDS	Densidad (kg/m <sup>3</sup> )
47	1213,3
48	1218,7
49	1224,2
50	1229,7
51	1235,2
52	1240,7
53	1246,3

De la definición dada en 6.1.3.5 resulta:



$$\text{Color ICUMSA} = \frac{1000 \times A_s}{E_c}$$
$$= \frac{10^8 \cdot A_s}{b \times (\text{RDS corregido}) \times \rho} \text{UI}_{7.0}$$

Redondear los resultados al número entero más cercano.

#### 6.1.8.2 Precisión.

- Para azúcares con valores de color ICUMSA hasta 50 UI, la diferencia absoluta entre dos resultados, obtenidos bajo condiciones de repetibilidad no deberá ser mayor que 3 UI y bajo condiciones de reproducibilidad no deberá ser mayor de 7 UI.
- Para azúcares con valores de color ICUMSA entre 50 y 200 UI, la diferencia absoluta entre dos resultados obtenidos bajo condiciones de repetibilidad, no deberá ser mayor que 9 UI y bajo condiciones de reproducibilidad no deberá ser mayor que 22 UI.
- Para azúcares con valores de color ICUMSA entre 200 y 600 UI la diferencia absoluta entre dos resultados obtenidos bajo condiciones de repetibilidad, no deberá ser mayor que 44 UI y bajo condiciones de reproducibilidad no deberá ser mayor que 109 UI.

### 6.2 Determinación de cenizas conductimétricas en productos de azúcar refinado. (Método ICUMSA GS 2/3-17).

#### 6.2.1 Alcance

Las cenizas conductimétricas en soluciones de una concentración de 28 g/100 g permiten una medida de la concentración de sales solubles ionizadas presente en soluciones de baja conductividad.

#### 6.2.2 Campo de Aplicación.

Este método es aplicable para azúcar blanco y especialidades de azúcar.



### 6.2.3 Definiciones

Las cenizas determinadas conductimétricas, conocidas como "cenizas conductimétricas" no se pueden comparar directamente con las cenizas gravimétricas determinadas por incineración y pesada de las cenizas. Las cenizas conductimétricas tienen su propio significado. Se escogen los factores para convertir conductividad a ceniza de tal manera que el valor de las cenizas conductimétricas corresponda aproximadamente con los valores de cenizas sulfatadas. Este coeficiente es convencional y no puede ser verificado experimentalmente.

### 6.2.4 Fundamento

Se determina la conductividad específica de una solución de azúcar blanco de una concentración de 28 g/100 g. Se calculan las cenizas equivalentes aplicando un factor convencional.

### 6.2.5 Reactivos

**6.2.5.1** Agua purificada. Emplear para todas las soluciones (azúcar y cloruro potásico) agua bidestilada o desionizada con una conductividad menor de 2  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .

**6.2.5.2** Cloruro potásico 0,01 mol/L. Pesar 745,5 mg de sal previamente deshidratada por calentamiento hasta 500 °C (color rojo sombra), disolver en agua en un matraz aforado de 1 L y llenar hasta el enrase. Alternativamente se puede emplear una solución comercial.

**6.2.5.3** Cloruro potásico 0,0002 mol/L. Diluir 10 mL de la solución de cloruro potásico 0,01 mol/L (6.2.5.2) y llenar hasta el enrase en un matraz aforado de 500 mL.

Esta solución tiene una conductividad de  $26,6 \pm 0,3 \mu\text{S}/\text{cm}$  a 20 °C (después de deducir la conductividad específica del agua empleada).

### 6.2.6 Aparatos

- Conductímetro;
- Matraces aforados y pipetas;
- Balanza analítica.



## 6.2.7 Procedimiento

### 6.2.7.1 Determinación del al constante de celda

La constante de celda de una celda conductimétrica es el cociente entre la distancia entre electrodos y su área y se expresa en  $\text{cm}^{-1}$ . Puesto que ambas dimensiones son fijas, pero varían de una a otra celda, es necesario determinar esta constante para cada celda y controlarla con regularidad.

Se calibra la celda empleando la solución patrón de cloruro potásico de conductividad conocida (6.2.5.3) la constante de celda es el cociente entre el valor de esta solución ( $26,6 \mu\text{S}/\text{cm}$ ) incrementando por el valor de la conductividad del agua y la lectura de la conductividad de esta solución a  $20^\circ\text{C}$ .

Para esta determinación es necesario medir la conductividad del agua desionizada. La conductividad aproximada del agua es:

~~Constante de celda (dada por el fabricante) x Lectura de la conductividad del agua a  $20^\circ\text{C}$~~

Después de la medida de la conductividad de la solución de cloruro potásico (6.2.5.3), la constante de la celda es aproximadamente:

$$K' = \frac{\text{conductividad de la solución patrón de KCl} + \text{conductividad del agua aproximada}}{\text{lectura de la solución de KCl a } 20^\circ\text{C}}$$

Así, el valor de la conductividad del agua corregida es:

$$C_{\text{agua}} = K' (\text{constante celular aprox.}) \times \text{lectura de la conductividad del agua}$$

Y la constante de celda correcta es:

$$K = \frac{\text{Conductividad de la solución patrón de KCl} + C_{\text{agua}}}{\text{Lectura de la solución de KCl a } 20^\circ\text{C}}$$

En el caso que este valor no pueda ser ajustado directamente en el aparato, se deberá multiplicar el resultado de la medida conductimétrica por esta constante.



#### 6.2.7.2 Conductividad de la muestra

Disolver 31,3 g  $\pm$  0,1 de azúcar en agua en un matraz aforado de 100 mL y llenar hasta el enrase a 20 °C (o disolver 28,0  $\pm$  0,1 g de azúcar en agua hasta obtener una masa de 100,0 g de disolución). En el caso de líquidos, la cantidad empleada deberá ser tal que la solución a ensayar contenga 31,3 g sólidos/100 mL o 28,0 g sólidos/100 g de solución.

Después de mezclar cuidadosamente, trasvasar la solución a la celda de medida y medir la conductividad a 20  $\pm$  0,2 °C. Controlar la medida empleando la solución de referencia (6.2.5.3).

#### 6.2.8 Expresión de resultados

##### 6.2.8.1 Cálculo de resultados

Si  $C_1$  es la conductividad medida en  $\mu\text{S}/\text{cm}$  a 20 °C y si  $C_{\text{agua}}$  es la conductividad específica del agua a 20 °C, entonces la conductividad corregida ( $C_{28}$ ) de la disolución de 28 g/100 g es:

$$C_{28} = C_1 - 0,35 C_{\text{agua}}$$

yi cenizas conductrimétricas, % =  $6 \times 10^{-4} \times C_{28}$

##### 6.2.8.2 Corrección de temperatura

En el caso de que la determinación no pueda llevarse a cabo a temperatura de referencia de 20 °C, hacer una corrección de la temperatura para obtener el resultado final, siempre que no exceda el rango de  $\pm$  5 °C.

La corrección es:

$$C_{20^\circ} = \frac{C_T}{1 + 0,026 (T-20)}$$

En donde:

$C_T$  es la conductividad a la temperatura T °C.





### 6.2.8.3 Precisión

Para azúcares con un contenido medio de cenizas de 0,0123 %, la diferencia absoluta entre dos resultados obtenidos bajo condiciones de repetibilidad no deberá ser mayor que 0,00115 % y la diferencia absoluta entre dos resultados obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad no mayor que 0,00177 %.

## 6.3 Determinación del pH con un método directo (Método ICUMSA GS1/2/3/4/7/8/9-23 (2007)).

### 6.3.1 Alcance

Este método es apropiado para la determinación del pH, en todos los productos de la fábrica de azúcar.

### 6.3.2 Campo de Aplicación

Este método es el utilizado para azúcar crudo y melazas, así como para el procesado de la caña y de la remolacha. El método es provisional para azúcar blanco especialidades de azúcar y azúcar blanco de plantación.

### 6.3.3 Fundamento

El principio del método, es la medición potenciométrica del pH. Los electrodos deberán ser estandarizados con disoluciones tamponadas, lavados con agua destilada e introducidos en la solución de azúcar.

La lectura se lleva a cabo después de 5 minutos, cuando se juzgue que se ha alcanzado el potencial de equilibrio de los electrodos.

### 6.3.4 Aparatos

- Medidor de pH: capaz de medir con una resolución de  $\pm 0,01$  unidades de pH;
- Electrodo de vidrio: con un electrodo de referencia, integrado o separado, comúnmente un electrodo de calomelano;
- Agitador magnético y varilla agitadora, y



- Material de vidrio.

### 6.3.5 Reactivos

**6.3.5.1** Prepara un tampón de 0,05 mol/kg H<sub>2</sub>O de tetraoxalato de potasio. Disolver 12,710 g de tetraoxalato de potasio [KH<sub>3</sub>(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>2</sub> 2H<sub>2</sub>O] en 1 kg de agua destilada.

**6.3.5.2** Preparar un tampón de hidrogenotartrato de potasio. Disolver hidrogenotartrato de potasio (KHC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>) en agua destilada hasta formar una solución saturada a 25 °C.

**6.3.5.3** Preparar un tampón de 0,05 mol/kg H<sub>2</sub>O de hidrogenocitrato de potasio. Disolver 11,511 g de hidrogenocitrato de potasio (KH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>) en 1 kg de agua destilada.

**6.3.5.4** Preparar un tampón de 0,05 mol/kg H<sub>2</sub>O de hidrogenoftalato de potasio. Disolver 10,2115 g de hidrogenoftalato de potasio (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) en 1 kg de agua destilada.

**6.3.5.5** Preparar un tampón de 0,025 mol/kg H<sub>2</sub>O de hidrogenofosfato de potasio y de 0,025 mol/kg H<sub>2</sub>O de hidrogenofosfato de sodio. Debido a su higroscopicidad secar el hidrogenofosfato de sodio a una temperatura entre 110 y 130 °C durante 2 horas antes de pesarlo. Disolver 3,402 g de hidrogenofosfato de potasio (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) y 3,549 g de hidrogenofosfato de sodio (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>) en 1 kg de agua destilada.

**6.3.5.6** Preparar un tampón de 0,008695 mol/kg H<sub>2</sub>O de hidrogenofosfato de potasio y 0,03043 mol/kg H<sub>2</sub>O de hidrogenofosfato de sodio. Por razón de su higroscopicidad, secar el hidrogenofostato de sodio a 100 °C hasta 130 °C durante 2 horas antes de pesarlo. Disolver 1,183 g de hidrogenofosfato de potasio (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) en 1 kg de agua destilada.

**6.3.5.7** Preparar un tampón de 0,01 mol/kg H<sub>2</sub>O de tetraborato de sodio. Disolver 3,184 g de tetraborato de sodio decahidrato (Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> 10H<sub>2</sub>O) en 1 kg de agua destilada. Proteger la solución permanente del anhídrido carbónico del aire.



- 6.3.5.8** Preparar un tampón de 0,025 mol/kg H<sub>2</sub>O hidrogenocarbonato de sodio y de 0,025 mol/kg H<sub>2</sub>O de carbonato de sodio. Disolver 2,100 g de hidrogenocarbonato de sodio (NaHCO<sub>3</sub>) y 2,650 g de carbonato de sodio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) en 1 kg de aguas destilada.
- 6.3.5.9** Preparar un tampón de hidróxido de calcio. Disolver hidróxido de calcio [Ca(OH)<sub>2</sub>] en agua destilada para formar una solución saturada. Filtrar la solución a 25 °C.
- 6.3.5.10** Agua. Emplear agua destilada o agua de equivalente calidad con una conductividad menor a 2 µS/cm.
- 6.3.6** Procedimiento
- 6.3.6.1** Estandarización del pH-metro. Estandarizar el pH-metro con disoluciones tamponadas, adecuadas de llevar a cabo las mediciones. Emplear por lo menos dos soluciones que cubran el rango esperado de medición. Agitar las disoluciones tamponadas suavemente con un agitador magnético durante esta estandarización y asegurarse que estas soluciones estén a la temperatura deseada.
- 6.3.6.2** Lavado de los electrodos. Lavar los electrodos con agua destilada y dejarlos introducidos en esta agua durante 5 minutos anotando la temperatura.
- 6.3.6.3** Medición del pH. Introducir los electrodos en la solución de muestra y efectuar la lectura después de 5 minutos anotando la temperatura.
- 6.3.6.4** Azúcar blanco, especialidades de azúcar y azúcar blanco de plantación. Medir el pH de azúcar blanco en una solución de azúcar a una concentración de 50 g/ 100 g y a una temperatura de 20 °C, según los pasos y principios anteriormente bajo 6.3.6.1 – 6.3.6.3.
- 6.3.6.5** Azúcar crudo. Medir el pH de azúcar crudo en una solución de azúcar de una concentración de 50 g/100 g y a una temperatura lo más cerca posible a 20 °C, según los pasos y principios descritos anteriormente bajo 6.3.6.1 – 6.3.6.3.

Agitar la solución suavemente con el agitador magnético durante este periodo.



### 6.3.7 Expresión de Resultados

6.3.7.1 Cálculo. Expresar el resultado del pH, con resolución de 0,01 unidades de pH y a la temperatura medida.

6.3.7.2 Precisión. Los valores de repetibilidad y reproducibilidad del método para azúcares no deberán ser mayores que lo siguiente:

Muestra	Repetibilidad	Reproducibilidad
Azúcar crudo de caña	0,08	0,14

6.4 Determinación de la turbidez en soluciones de azúcar blanco (Método ICUMSA GS2/3-18).

#### 6.4.1 Alcance

Este método se emplea para la determinación de la turbidez en soluciones de azúcar blanco, en azúcares cuyo color no supere 50 U.I.

#### 6.4.2 Campo de aplicación

Este método está limitado a azúcares de 50 U.I. de color máximo. No es aplicable cuando se necesita un ajuste de pH, esto es, cuando el color de la solución supere 50 U.I.

Se mide la turbidez, como diferencia en el color de soluciones de azúcar blanco antes y después de la filtración. La turbidez así determinada se expresa en unidades ICUMSA de color (U.I).

El método es aplicable a toda clase de azúcares blancos cristalizados o en polvo y a jarabes muy puros, siempre que sea posible preparar una solución de ensayo filtrada con el procedimiento especificado en el método. El método no es aplicable a azúcares que contengan materias colorantes, turbidez o aditivos en cantidad tal que no se pueda llevar a cabo una filtración.

#### 6.4.3 Definiciones

6.4.3.1 Transmisión de una solución. Si  $I_1$  representa la energía radiante incidente sobre la primera superficie de la solución e  $I_2$  representa la



energía radiante que abandona la segunda superficie de la solución, entonces:

$$T = \frac{I_2}{I_1} \text{ -transmisión de la solución}$$

En donde:

100T es el porcentaje de la transmisión.

**6.4.3.2** Transmitancia. Si  $T_{soln}$  representa la transmisión de una célula conteniendo la solución y si  $T_{solv}$  representa la transmisión de la misma célula o de la célula duplicada que contiene el solvente puro, entonces:

$$T_s = \frac{T_{soln}}{T_{solv}} \text{ =transmitancia de la solución}$$

**6.4.3.3** Absorbancia (extinción)

En donde:

$$A_s = -\log_{10} T_s \text{ =absorbancia de la solución}$$

**6.4.3.4** Índice de absorbancia (índice de extinción). Si  $b$  representa la longitud (cm) del camino óptico entre las superficies límite de la solución y si  $c$  representa la concentración (g/mL) de la solución de azúcar, entonces:

$$a_s = \frac{A_s}{bc} \text{ =índice de absorbancia de la solución}$$

**6.4.3.5** Color y turbidez ICUMSA. El valor del índice de absorbancia multiplicado por 1000 es el denominado color ICUMSA o bien turbidez ICUMSA. Los valores que resultan se denominan unidades ICUMSA (UI).



#### 6.4.4 Fundamento

Se disuelve azúcar blanco en agua destilada hasta obtener una solución del 50 % (peso/peso).

Se determinan la absorbancia y el color de la solución. Se filtra luego la solución por un filtro de membrana para eliminar la turbidez. Se determinan nuevamente la absorbancia y el color de la solución filtrada. La diferencia entre las dos medidas de color es la turbidez. Se mide la absorbancia a 420 nm

#### 6.4.5 Reactivos

Emplear solamente agua destilada o agua de pureza equivalente.

#### 6.4.6 Aparatos

**6.4.6.1** Espectrofotómetro o calorímetro. Capaz de efectuar medidas de la transmisión de la luz a 420 nm con un ancho de banda  $\leq 5$  nm. El instrumento deberá estar equipado con un monocromador de red de difracción, prisma o filtro de interferencias.

**6.4.6.2** Cubetas ópticas apareadas. Emplear una cubeta de por lo menos 4 cm de longitud. Para azúcares blancos de poco color es preferible una cubeta de 10 o más cm de longitud. Puede emplearse una segunda cubeta de referencia, siempre que un ensayo con agua destilada muestre una identidad de ambas cubetas hasta el 0,2 %. Con el cambio apropiado en el cálculo también se pueden emplear otras longitudes de cubetas, como por ejemplo 5 cm.

**6.4.6.3** Filtros de membrana de nitrato de celulosa de un tamaño de poro de 0,45  $\mu\text{m}$  y un diámetro de 47 mm

**NOTA 1:** Tamaño de poro determinado mediante el test punto de burbuja.

**6.4.6.4** Soporte del filtro de membrana. Preferiblemente provisto de un soporte de acero inoxidable.

**6.4.6.5** Baño ultrasónico, para la desaireación de las soluciones de azúcar.



- 6.4.6.6** Refractómetro, calibrado a 20 °C y que tenga un prisma con camisa de agua.
- 6.4.6.7** Balanza de laboratorio, con resolución de 0,1 g.
- 6.4.6.8** Agitador Magnético.
- 6.4.6.9** Material de vidrio estándar de laboratorio (vasos de precipitados, matraces y varillas agitadoras).
- 6.4.7** Procedimiento
- 6.4.7.1** Mezclar cuidadosamente la muestra de azúcar. Pesar 50,0 g  $\pm$  0,1 g de la muestra en un matraz de Erlenmeyer de 250 mL, añadir 50,0 g  $\pm$  0,1 g de agua destilada y disolver el azúcar por medio de un agitador magnético.
- 6.4.7.2** En el caso de que la solución esté llena de burbujas, normalmente desaparecerán agitando lentamente o dejando los vasos de precipitados en reposo un rato. En el caso de que no sea posible eliminar las burbujas de este modo, desairear en un baño ultrasónico durante 3 minutos. Normalmente, cuando se preparan soluciones de azúcar blanco, las burbujas no constituyen un problema.
- 6.4.7.3** Medir la materia seca refractométrica (RDS) de la solución en un refractómetro. Es de suma importancia llevar a cabo este paso porque diferencias muy pequeñas durante la pesada pueden alterar la concentración y, en consecuencia cambiar los resultados.
- 6.4.7.4** Poner a cero el espectrofotómetro a 420 nm con agua desionizada o agua destilada.
- 6.4.7.5** Si se usan cubetas ópticas reutilizables, lavar la cubeta con una cantidad pequeña de la solución a medir y asegurarse de que el exterior de la cubeta permanezca limpio y seco.
- 6.4.7.6** Medir la absorbancia  $A_{\text{unfiltrada}}$  de la solución no filtrada a 420 nm en una cubeta de longitud apropiada para el color de la solución.



- 6.4.7.7 Calcular el color de la solución no filtrada mediante el cálculo presentado más abajo.
- 6.4.7.8 Filtrar la solución de la muestra a vacío a través de un filtro de membrana (6.4.6.3) a un matraz de Erlenmeyer limpio y seco.
- 6.4.7.9 Desairear la solución filtrada introduciendo el matraz con la solución de azúcar en un baño ultrasónico durante 3 minutos.
- 6.4.7.10 Medir la materia seca refractométrica (RDS) de la solución con exactitud de  $\pm 0,1$  g/100 g.
- 6.4.7.11 Leer la absorbancia  $A_{s, \text{unfiltr}}$  de la solución filtrada a 420 nm empleando una cubeta apropiada. Calcular el color de la solución filtrada mediante el cálculo presentado más abajo.
- 6.4.7.12 Redondear los resultados al número entero más cercano.
- 6.4.8 Expresión de resultados
- 6.4.8.1 Cálculo

Calcular la concentración de sólidos en la solución,  $c$ , a partir de la materia seca refractométrica (RDS) medida en 7.

Emplear la materia seca refractométrica (RDS) para obtener la densidad ( $\rho$  in  $\text{kg/m}^3$  de la solución analizada) de la Tabla 3 (véase tabla 3), por interpolación o de la ecuación adecuada. Entonces, la concentración de la solución de ensayo es:

$$c = \frac{\text{RDS} \times \rho}{10^5} \text{ g/mL}$$

- 6.4.8.2 Cálculo para color y turbidez

Empleando las concentraciones que se basan en las lecturas del refractómetro de los sólidos totales (g/mL) se obtienen:





$$\text{Color no filtrado} = \frac{A_s \text{ unfilt} \times 1000}{(\text{longitud de la cubeta, cm}) \times (\text{concentración total de sólidos, } \frac{\text{g}}{\text{mL}})}$$

$$\text{Color filtrado} = \frac{A_s \text{ unfilt} \times 1000}{(\text{longitud de la cubeta, cm}) \times (\text{concentración total de sólidos, g/mL})}$$

Redondear los resultados al número entero más cercano.

En donde:

Turbidez es igual a color no filtrado – color filtrado.

#### 6.4.8.3 Precisión

Basado en estudios preliminares, para azúcares con valores de turbidez de hasta 20 UI, la diferencia absoluta entre dos resultados, obtenidos bajo condiciones de repetibilidad, no deberá ser mayor que 3 UI. Para azúcares con valores de turbidez hasta 20 UI la diferencia absoluta entre dos resultados, obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad, no deberá ser mayor que 5 UI.

**NOTA 2:** Para azúcares con colores arriba de 50 UI, leer a una absorbancia de 720 nm.

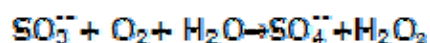
**6.5** Determinación de sulfitos en productos de azúcar refinado excluyendo los azúcares morenos, por medio de un método enzimático (Método ICUMSA GS2/3-35).

#### 6.5.1 Alcance y campo de aplicación.

Este método se emplea para productos que contienen bajos niveles de sulfitos tales como los azúcares blancos y especialidades de azúcar, con la excepción de azúcares morenos.

#### 6.5.2 Fundamento

En presencia de oxígeno los sulfitos son oxidados a sulfatos usando sulfito oxidasa:





El peróxido de hidrógeno que se forma es reducido utilizando HADH- peroxidasa en presencia de la forma reducida del nicotinamida adenín dinucleótido, esto es, el NADH:



La reducción de absorbancia a la longitud de onda escogida (334 nm ó 340 nm) es proporcional a la cantidad de NADH consumido en la segunda reacción y por tanto a la cantidad de sulfitos en la muestra.

### 6.5.3 Reactivos

- 6.5.3.1 Sulfato de amonio, aproximadamente 3 mol/mL. Disolver 396 g de sulfato de amonio en un matraz aforado de 1000 mL y llevar hasta el enrase con agua destilada.
- 6.5.3.2 Tampón, pH 8,0. Disolver 5,57 g de clorhidrato de trietanolamina en 40 mL de agua destilada en un matraz aforado de 50 mL. Ajustar el pH a 8,0 con hidróxido de sodio de 0,1 mol/L y luego enrasar con agua destilada.
- 6.5.3.3 Solución de NADH (7mmol/L). Disolver 25 mg de NDDH-Na<sub>2</sub> y 5 mg de NaHCO<sub>3</sub> en 5 mL de agua destilada.
- 6.5.3.4 Suspensión de NADH-peroxidasa (NADH-POD 45 000 U/L). Diluir 0,1 mL de la suspensión de enzima con 0,2 mL de solución de sulfato de amonio 3,0 mol/L (6.5.3.1).
- 6.5.3.5 Suspensión de sulfito oxidasa (SO<sub>2</sub>-OD conteniendo 5 000 U/L). Diluir 1 mL de esta suspensión con 1 mL de solución de sulfato de amonio de 3,0 mol/L (6.5.3.1).
- 6.5.3.6 Soluciones de NADH para el control del espectrofotómetro. Cuando se emplee un espectrofotómetro nuevo, verificar el coeficiente de absorción,  $\epsilon$ , de la solución de NADH (6.5.3.3); a 340 nm el valor de  $\epsilon$  deberá ser  $6,3 \pm 0,04$ ; a 334 nm el valor de  $\epsilon$  deberá ser  $6,18 \pm 0,04$ .



- NADH (0,07 mmol/L). Diluir 20 µL de solución (6.5.3.3) con 1 980 µL de agua destilada.
- NADH (0,035 mmol/L). Diluir 20 µL de solución (6.5.3.3) con 3 980 µL de agua destilada.
- NADH (0,017 mmol/L). Diluir 20 µL de solución (6.5.3.3) con 3 990 µL de agua destilada.

Ajustar la longitud de onda del espectrofotómetro a 340 nm ó a 334 nm. Medir la absorbancia,  $A$ , de las tres soluciones de control. Calcular el coeficiente de absorción,  $\epsilon$ , para NADH con la ecuación de Lambert-Beer:

$$\epsilon = \frac{A}{d \times c}$$

En donde:

- A es el valor de absorbancia registrado.
- c es igual a la concentración de la solución de NADH (mmol/L).
- d es igual al camino óptico (cm).

Calcular el coeficiente de absorción,  $\epsilon$ , para NADH partiendo de las tres soluciones de control y sus valores promedio.

**6.5.3.7** Coadyuvante de filtración. Para usar con azúcares en polvo que contenga un agente anti-aglomerante.

#### **6.5.4** Aparatos

- Espectrofotómetro para leer a 340 nm (lámpara de espectro continuo) o a 334 nm (lámpara de vapor de mercurio)
- Celda con camino óptico de 1 cm, preferiblemente de cuarzo
- Micropipetas
- Cronómetro



- Filtros de Membrana, tamaño de poro 0,45  $\mu\text{m}$ , diámetro 50 mm
- Soporte para filtro de membrana y matraz, preferentemente de acero inoxidable.

#### 6.5.5 Muestras

La cantidad de sulfitos en la celda del espectrofotómetro deberá estar entre 3 y 3  $\mu\text{g}$ . Para azúcares, usar una solución de 40 g de azúcar disuelto en agua hasta obtener un volumen final de 100 mL. Para jarabes con contenido de sulfitos entre 15 mg – 150 mg/kg, diluir la muestra en la proporción 1 a 5 con agua destilada, por ej. 100 g en 500 mL.

#### 6.5.6 Procedimiento

**6.5.6.1** Mantener los reactivos, el tampón y el agua a temperatura ambiente (20 °C a 25 °C)

**6.5.6.2** Pipetear las siguientes cantidades en las celdas de 1 cm respectivas.

**Tabla 4. Cantidades de solución**

	Celda B Blanco (mL)	Celda S Muestra (mL)	
		Azúcar	Jarabe
Solución tampón	1,00	1,00	1,00
Solución NADH (7mmol/L)	0,10	0,10	0,10
NADH-peroxidasa (NADH-POD 45000U/L)	0,01	0,01	0,01
Muestra	-	2,00	0,20
Agua destilada	2,00	-	1,80

**6.5.6.3** Sellar las celdas con película de plástico y mezclar suavemente por volteo. Después de un periodo de 5 minutos, medir la absorbancia a la longitud de onda seleccionada (334 nm ó 340 nm) con respecto al aire (sin celda en el paso de luz). Se obtienen de esta forma la absorbancia del blanco,  $A_{15}$  y de la muestra  $A_{15}$ .



**6.5.6.4** Añadir 0,05 mL de sulfito oxidasa (6.5.3.5) a cada celda y mezclar el contenido de la misma manera descrita previamente. Después de 30 minutos medir absorbancia nuevamente. Se obtiene de esta forma la absorbancia del blanco  $A_{2B}$ , y la de la muestra  $A_{2S}$ .

**6.5.7** Expresión de Resultados

**6.5.7.1** Cálculo

Calcular las siguientes diferencias de absorción:

$$\text{Blanco } A_B = A_{1B} - A_{2B}$$

$$\text{Muestra } A_S = A_{1S} - A_{2S}$$

$$A = A_S - A_B$$

Calcular la concentración de sulfitos como  $\text{SO}_2$  en mg/mL de la solución analizada empleando la siguiente fórmula:

$$C = \frac{MW}{1000\epsilon} \times \frac{V}{V} \times \frac{1}{d} \times A \text{ mg/mL}$$

En donde:

V es igual al volumen final en la celda, aquí es 3,16 mL (este volumen puede ser diferente cuando se emplean kits)

MW es igual al peso molecular de la sustancia en g (aquí es 64,06)

$\epsilon$  es igual al coeficiente de extinción molar a la longitud de onda seleccionada

Las utilizadas aquí son:

6,18 L · mmol<sup>-1</sup> · cm<sup>-1</sup> a una longitud de onda de 334 nm

6,30 L · mmol<sup>-1</sup> · cm<sup>-1</sup> a una longitud de onda de 340 nm

(Estos valores pueden ser verificados con una muestra de sulfito)

d es igual al camino óptico de la celda en cm (esto es, 1 cm)



v es igual al volumen de la muestra (mL) en la celda, esto es 2,00 mL para azúcar o 0,20 mL para jarabes.

Para azúcar se obtiene:

$$C = \frac{0,101}{g} \times A \text{ mg SO}_2/\text{mL}$$

Para jarabe se obtiene:

$$C = \frac{1,012}{g} \times A \text{ SO}_2/\text{mL}$$

El resultado final se obtiene multiplicando los resultados anteriores por el factor de dilución utilizado durante la preparación de las muestras.

#### 6.5.7.2 Precisión

Para azúcar blanco con un contenido en sulfitos en el rango de 4,02 mg/kg a 23,84 mg/kg, la repetibilidad se encuentra entre 1,17 mg/kg y 6,49 mg/kg con una repetibilidad promedio de 4,46 mg/kg.

Para los mismos azúcares blancos, la reproducibilidad se encuentra en un rango de 1,74 a 14,58, con una reproducibilidad promedio de 7,32 mg/kg.

**6.6** Determinación de materia insoluble en azúcar blanco mediante filtración por membrana (Método ICUMSA GS2/3/9-19).

#### 6.6.1 Alcance

El método de filtración por membrana de Hibbert y Phillipson, modificado para emplear una temperatura menor, se emplea para determinar la cantidad de materia insoluble en agua del azúcar blanco.



## 6.6.2 Campo de Aplicación

Este método es aplicable a todas las clases de azúcares blancos cristalizados así como azúcares en polvo sin aditivos y azúcar blanco de plantación. Para aquellos azúcares con pobres características de filtración se describe un método modificado más abajo.

## 6.6.3 Fundamento

Se disuelve el azúcar sometido a ensayo en agua caliente y se filtra a través de un filtro de membrana con poros de un tamaño de 8,0  $\mu\text{m}$ . Se lavan detenidamente tanto la membrana como la materia insoluble retenida, se secan y se pesan posteriormente.

El contenido de materia insoluble se calcula a partir del aumento de masa del filtro de membrana.

## 6.6.4 Reactivos

**6.6.4.1** Spray reactivo cromatográfico. Solución de 1-naftol/ácido fosfórico. Disolver 1,0 g de 1-naftol en 100 mL de etanol y añadir 10 mL de ácido ortofosfórico ( $\rho_{20} \approx 1,69 \text{ g/mL}$ ).

## 6.6.5 Aparatos

**6.6.5.1** Filtros de membrana con bordes hidrófobos con diámetro de unos 50 mm, tamaño de poro de 8,0  $\mu\text{m}$ .

**6.6.5.2** Aparato de filtración constituido por un portafiltro para el filtro de membrana (6.6.5.1), adaptado a un matraz Kitasato (de 4 L) y conectado a un sistema de vacío.

**6.6.5.3** Recipiente de acero inoxidable, con 2 L de capacidad con una varilla agitadora de acero inoxidable.

**6.6.5.4** Pinzas.

**6.6.5.5** Placas Petri de plástico.

**6.6.5.6** Estufa de secado mantenida entre 60 °C y 65 °C.



- 6.6.5.7 Balanza analítica, con resolución de 0,1 mg
- 6.6.5.8 Balanza con 5 kg de capacidad, con resolución de 1 g
- 6.6.6 Procedimiento
- 6.6.6.1 Preparación del agua

Filtrar 5 L de agua por un filtro de membrana con poros de 8  $\mu\text{m}$ . Una vez filtrados los primeros 500 mL, cortar el vacío. Enjuagar todo el frasco con estos 500 mL y luego descartarlos.

Continuar la filtración de los 4,5 L restantes. Esta agua filtrada se usará para cualquier empleo en los pasos 6.6.6.2 hasta el 6.6.6.5. Todo el equipo (recipientes, varillas agitadoras, pinzas) deberá ser lavado con esta agua filtrada antes de comenzar con el ensayo.

#### 6.6.6.2 Preparación del filtro de membrana

Lavar las membranas (6.6.5.1) introduciéndolas en agua destilada hirviendo durante 6 minutos, dejar escurrir el agua de las membranas y llevarlas con pinzas (6.6.5.4) individualmente a placas Petri limpias y secas (6.6.5.5).

Secar las membranas en sus cápsulas sin tapar entre 60 °C y 65 °C durante 1 hora en la estufa de secado. Después del secado, tapar las cápsulas y dejarlas enfriar en un desecador durante 30 minutos. Anotar la masa de las membranas enfriadas con precisión de 0,1 mg.

#### 6.6.6.3 Preparación de la solución de muestra

Pesar 500 g  $\pm$  1 g de la muestra directamente en un recipiente de acero inoxidable.

En el caso que se presenten problemas durante la filtración o que la cantidad de muestra sea limitada, reducir la masa de la muestra a 205 g  $\pm$  1 g o aún más si es necesario. Al reducir la cantidad de muestra se pierde algo de exactitud, lo que es inevitable.

Añadir al recipiente agua caliente a unos 45 °C hasta obtener un volumen final de 900 mL. Agitar la mezcla con la varilla de acero inoxidable o con un agitador magnético y calentar hasta 45 °C; continuar agitando hasta que todo azúcar esté disuelto.





**NOTA 3:** Los paños para secar el material pueden ser una grave fuente de contaminación. Por esto es importante lavar detenidamente el material con agua destilada inmediatamente antes de su empleo y secar al aire o en una estufa, pero no secar con paño.

**6.6.6.4** Filtración de la solución de azúcar. Humedecer un filtro de membrana ya pesado dejándolo flotar sobre agua destilada en una placa Petri. Colocar el filtro húmedo en el portafiltro (6.6.5.2) y dejar pasar la solución de azúcar caliente por el filtro de membrana a presión reducida. Lavar cuidadosamente el recipiente y la varilla agitadora con agua destilada caliente, añadiendo las aguas de lavado sobre el filtro. Lavar la materia insoluble retenida en la membrana y el portafiltro con un volumen total de agua destilada caliente de 500 mL.

**NOTA 4:** Cuidar de que no pase el aire por la membrana después del lavado, ya que el aire ambiente puede contener una cantidad significativa de partículas en suspensión.

**6.6.6.5** Secado y pesada de la membrana. Depositar la membrana en su placa Petri original. Secar la placa con la membrana en la estufa sin taparla entre 60 °C y 65 °C durante 1 hora. Luego tapar la placa y dejarla enfriar en un desecador durante 30 minutos. Pesar la membrana de nuevo con precisión de 0,1 mg.

La eficacia del lavado es esencial para la exactitud del ensayo. Se puede controlar esto pulverizando ocasionalmente algunas membranas después del uso con un spray reactivo cromatográfico de 1-naftol/ácido fosfórico (6.6.4.1) y calentando luego a 105 °C. La membrana deberá estar completamente libre de trazas de color violeta.

**6.6.7** Expresión de resultados

**6.6.7.1** Cálculo:

El contenido de materia insoluble del azúcar expresado en miligramos de materia insoluble por kilogramo de la muestra es:



$$\text{Materia Insoluble (mg/kg)} = \frac{m_2 m_1}{m_0} \times 10^6$$

En donde:

$m_1$  es la masa en gramos del filtro de membrana ,

$m_2$  es la masa en gramos del filtro más la materia insoluble,

$m_0$  es la masa en gramos de la muestra sometida a ensayo.

Expresar el resultado como un número entero en mg/kg.

Siempre deberá anotarse en el informe de ensayo la cantidad de la muestra que se emplea para la determinación.

#### 6.6.7.2 Precisión

Para azúcares blancos conteniendo más de 10 mg de materia insoluble/kg, la diferencia absoluta entre 2 resultados, obtenidos bajo condiciones de repetibilidad, no deberá ser mayor de 6,7 mg/kg; la diferencia absoluta entre dos resultados, obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad, no deberá ser mayor de 13,5 mg/kg.

#### 6.7 Prueba de los 10 días de floculación en bebidas gaseosas para azúcar blanco (Método ICUMSA GS2/3-40).

##### 6.7.1 Alcance y campo de aplicación

Este método, conocido como test de floculación, es aplicable a productos de azúcar refinado.

##### 6.7.2 Fundamento

Una solución de azúcar con unos 54,4 g de azúcar/100 g es acidificada hasta pH 1,5 añadiendo ácido fosfórico, Se deja reposar a temperatura ambiente durante 10 días. Se examina visualmente la presencia de cualquier flóculo que haya podido formarse.



### 6.7.3 Reactivos

Precauciones y Advertencias de Seguridad:

- Los usuarios de este método deberán consultar su Legislación Nacional de Salud y Seguridad antes de Trabajar con ácido ortofosfórico.
- Emplear solamente ácido ortofosfórico de grado analítico y solamente agua destilada o agua de equivalente pureza.

#### 6.7.3.1 Acido Ortofosfórico

### 6.7.4 Aparatos

- pH-metro.
- Fuente de luz, que proporcione un cono de luz fino y fuerte (como el de una lámpara de microscopio).
- Frascos de vidrio claro, con capacidad de 1 L.

### 6.7.5 Procedimiento

Disolver 600g de azúcar en 500 mL de agua. Usando el pH-metro, añadir gotas de ácido fosfórico hasta pH 1,5 (unos 2,7 mL de ácido fosfórico).

Tapar el frasco que contiene la solución acidificada y guardarlo en reposo. Examinar la apariencia del flóculo a los 3,7 y 10 días.

Mover cuidadosamente los frascos para examinarlos y no agitarlos, ya que el flóculo formado es muy frágil.

Colocar el frasco en frente de un cono de luz fuerte preferiblemente en un cuarto oscurecido. Observar la solución desde el frente del frasco, o sea, la región de la solución iluminada por el cono de la luz. Examinar el fondo, el medio y la parte superior de la solución.



El floculado puede haber ascendido, puede permanecer en suspensión o bien permanecer precipitado; estas tres condiciones pueden existir en una sola muestra.

#### **6.7.6** Expresión de resultados

##### **6.7.6.1** Resultado

Después de la observación del décimo día, dar un número al azúcar para expresar su calidad. El tamaño de las partículas del flóculo y no su cantidad caracterizan su clasificación, como se detalla a continuación:

- 0= es igual a negativo: ausencia completa de partículas visibles.
- 0= es igual a turbio: algo nubloso pero sin partículas aisladas visibles.
- 1= es igual a granulado fino: partículas muy pequeñas y aisladas, sus formas son difíciles de diferenciar pero visibles en el cono de la luz.
- 2= es igual a que lleve algunas partículas reunidas que forman pequeños vellones (tamaño aprox. 0,8 mm).
- 3= es igual a mediano: una partícula en forma de pluma (tamaño aprox. 1,5 mm).
- 4= es igual a compacto: una aglomeración de partículas coloidales que forman pelusillas, visibles sin el cono de luz (tamaño aprox. 3 mm).

Una muestra con el resultado "0 Negativo" o "0 Turbio" se considera apta y libre de flóculo.

Los demás resultados caracterizan la muestra como NO apta.

#### **6.8** Determinación de azúcares reductores en azúcar crudo de caña, en productos del procesado de la caña y en especialidades de azúcar mediante el método de Lane y Eynon a volumen constante (Método ICUMSA GS1/3/7-3).

##### **6.8.1** Alcance y campo de aplicación



Este método reconocido se emplea para la determinación de azúcares reductores y otras sustancias reductoras en presencia de sacarosa. El método es aplicable a azúcar crudo de caña, productos del procesado de la caña y especialidades de azúcar con bajo grado de invertidos.

La concentración de azúcares reductores en la muestra de ensayo tiene que estar entre 250 mg a 400 mg/100 mL, por tanto, se requieren unos de 2 g de melaza de caña por 100 mL o unos 40 g de azúcar crudo de caña por 100 mL. Las muestras con contenidos fuera de este intervalo tendrán que ser diluidas o se les añadirá una solución patrón de invertidos antes del análisis. En el segundo caso, se determina la concentración en la solución del ensayo original substrayendo el invertido añadido del contenido de azúcares reductores total encontrado.

#### **6.8.2** Definiciones

##### **6.8.2.1** Azúcares reductores.

Son principalmente la glucosa y fructosa presentes en la melaza.

##### **6.8.2.2** Invertidos

Una mezcla equimolar de glucosa y fructosa.

##### **6.8.2.3** Brix

Representa el contenido de materia seca (% m/m).

#### **6.8.3** Fundamento

El principio de esta modificación a volumen constante, discutido previamente, es el mismo que el del método original de Lane y Eynon, en el que se añade la parte principal de la solución de ensayo a un volumen definido de una solución altamente alcalina de un complejo de sales de cobre, solución de Fehling, que se hierve a continuación.

El resto de la solución de ensayo se añade hasta el punto final, con lo que los iones cúpricos se reducen completamente a óxido cuproso, y el color azul de la solución desaparece. El contraste en el punto final se mejora con el empleo de un indicador, azul de metileno que pierde su color en presencia de mínimas cantidades de azúcares reductores.



La modificación a volumen constante solamente difiere en lo siguiente: en el punto final, se mantiene constante el volumen final y consecuentemente la concentración de la solución de Fehling en el matraz de reacción por la adición previa de una cantidad predeterminada de agua. Debido a ello, la valoración siempre corresponde a la misma cantidad de azúcares invertidos y permite el uso de una fórmula simple en vez de tablas.

Puesto que la sacarosa está presente, y será convertida parcialmente en azúcares reductores por el alto pH y la temperatura de la mezcla de reacción, el resultado tiene que multiplicarse por un factor de corrección de sacarosa. Las condiciones experimentales, incluso el volumen y la concentración de la solución de Fehling, tiempo de ebullición y volumen final de la mezcla de reacción, están definidas estrictamente.

Por lo tanto, para un trabajo exacto son necesarias tres valoraciones: un ensayo preliminar para determinar el volumen necesario de agua y dos valoraciones que cumplan todas las exigencias en las que se adiciona antes del calentamiento la cantidad total de solución de ensayo, salvo el último milímetro.

#### **6.8.4**        Reactivos

**6.8.4.1**      Ácido clorhídrico concentrado,  $\rho_{20} = 1,18$  g/ml

**6.8.4.2**      Ácido Benzoico de grado reactivo de uso general

**6.8.4.3**      Solución de azul de metileno, 1 g/100 mL. Disolver 1 g de azul de metileno (puro) en agua y enrasar hasta un volumen de 100 mL.

**6.8.4.4**      Solución de hidróxido de sodio, aprox. 1 mol/L. Disolver 40 g de hidróxido de sodio en unos 500 mL de agua. Enfriar la solución, trasvasarla a un matraz aforado de 1 L y enrasar con agua.

**6.8.4.5**      Ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 mol/L. Diluir 44,5 mL de ácido concentrado (6.8.4.1.) a 1 L.

**6.8.4.6**      Solución de sal disódica de EDTA, 40 g/L. Disolver 20 g de sal en agua y enrasar hasta un volumen de 500 mL.



- 6.8.4.7** Parafina líquida como antiespumante, o cualquier otro antiespumante que no reduzca la solución de Fehling.
- 6.8.4.8** Solución de fenolftaleína, 1 g/100 mL. Disolver 1 g de fenolftaleína (calidad de indicador) en 60 mL de alcohol desnaturalizado industrial y enrasar con agua hasta un volumen de 100 mL.
- 6.8.4.9** Solución patrón de azúcar invertido, 2,5 g/L. Pesar 9,50 g de sacarosa y transferirlos sin pérdida mediante 100 mL  $\pm$  5 mL de agua a un matraz aforado de 1 L.
- Añadir 5 mL de ácido clorhídrico concentrado (6.8.4.1) a la solución de sacarosa mezclando cuidadosamente durante la adición. Cubrir la boca del matraz con un pequeño vaso de precipitados para evitar que penetren materiales extraños y dejar en reposo el matraz durante un período suficientemente largo como para que se produzca la inversión completa de la sacarosa. Este período depende de la temperatura ambiente. La inversión se completa después de tres días en reposo a 20 °C -25 °C u 8 días a 12 °C - 15 °C.
  - Diluir la solución invertida con agua y enrasar hasta aproximadamente 800 mL.
  - Disolver aproximadamente 2 g de ácido benzoico (6.8.4.2) en unos 75 mL de agua caliente y añadir la solución del ácido benzoico a la solución invertida. Finalmente, enrasar el volumen de la solución hasta 1 L a 20 °C y mezclar, produciendo así una solución de azúcar invertido de 10 g/L. Esta solución invertida, almacenada en un recipiente bien tapado, es estable durante al menos 6 meses.
  - Preparar una solución invertida patrón neutra de 2,5 g/L pipetando 50 mL de la solución de azúcar invertido de 10 g/L a un matraz aforado de 200 mL y añadir dos gotas de solución de fenolftaleína (6.8.4.8). Añadir agitando ligeramente la solución de hidróxido de sodio, 1 mol/L (6.8.4.4) hasta que se produzca un color rosado. Hacer desaparecer el color rosado de la solución invertida añadiendo una o dos gotas de la solución de ácido clorhídrico, 0,5 mol/L (6.8.4.1).



- Finalmente, enrasar con agua hasta un volumen de 200 mL y mezclar la solución. Esta solución tiene que prepararse inmediatamente antes de su uso.

#### 6.8.4.10 Solución de Fehling

- Solución de Cobre (Solución A). Pesar 138,56 g de sulfato de cobre pentahidratado y disolver en agua. Trasvasar la solución sin pérdida a un matraz aforado de 2 L, enrasar a este volumen con agua a 20 °C y mezclar. Si es necesario, filtrar por un filtro inerte.
- Solución alcalina de tartrato (Solución B). Pesar separadamente 692,18 g de tartrato de sodio y potasio así como 200 g de hidróxido de sodio y disolver en aproximadamente 500 mL de agua. Enfriar la solución y trasvasarla sin pérdida a un matraz aforado de 2 L, enrasar este volumen con agua a 20 °C y mezclar. Si es necesario, filtrar por un filtro inerte.
- Solución de Fehling mixta. Mezclar volúmenes iguales de solución A y B vertiendo solución A en solución B agitando continuamente con una varilla de vidrio. Filtrar, si es necesario, y almacenar en un recipiente apropiado tapado.

#### 6.8.4.11 Piedra pómez pulverizada o perlas de vidrio

#### 6.8.5 Aparatos

- Matraces Aforados, calibrados trazables a patrones nacionales.
- Termómetros, calibrados contra un termómetro certificado de referencia, para todos los pasos dependientes de la temperatura.
- Valorador calefactor/iluminador, combinado de UM es apropiado para este fin pero no es esencial.
- Balanza analítica con resolución de 1 mg.
- Cápsulas para pesar.
- Reloj que indique minutos y segundos.





- Matraces de ebullición, Pyrex de forma redonda o de diseño similar con una capacidad de 400 mL.
- Filtro embudo.
- Baño de agua, mantenido a  $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ .
- Anillos de plomo u otros utensilios pesados, adecuados para mantener matraces en posiciones fijas dentro del baño de agua.

#### **6.8.6** Muestras

##### **6.8.6.1** Preparación de las muestras

Mezclar la muestra agitando cuidadosamente

#### **6.8.7** Procedimiento

**6.8.7.1** Recipientes de vidrio. Las superficies internas de los recipientes de vidrio tienen que estar libres de indicios de grasa. Es deseable una limpieza ocasional con mezcla de ácido crómico. El uso de un detergente especial de laboratorio reduce la frecuencia de la necesidad de limpieza con ácido crómico.

- Condiciones de calentamiento. La falta de condiciones reproducibles de calentamiento produce resultados que no son reproducibles día a día.

Para la determinación de azúcares reductores mediante este método se necesitan las siguientes condiciones:

- El calentamiento tiene que estar ajustado de forma que 75 mL de agua de los 400 mL de agua contenidos en el matraz de 400 mL lleguen desde  $20\text{ °C}$  al punto de ebullición en de 2,5 minutos.
- La fuente de luz tiene que permitir la observación del cambio de color. Los analistas individuales pueden requerir algunos ajustes de la posición de la lámpara para conseguir la iluminación más adecuada.
- Al establecer las condiciones de calentamiento para el ensayo es esencial añadir aproximadamente 50 mg de piedra pómez pulverizada o un par de perlas de vidrio (6.8.4.11) al agua para conseguir una ebullición



uniforme. El punto de ebullición se alcanza cuando burbujas de gas revientan uniformemente en la superficie del agua en el matraz.

- Temperatura de laboratorio. Todos los métodos descritos a continuación se refieren a una temperatura patrón de laboratorio de 20 °C, aunque también es aceptable un control cuidadoso de la temperatura empleando un baño de agua de 20 °C.

#### 6.8.7.2 Estandarización de la solución de Fehling

- Ajustar el dispositivo de calentamiento de tal manera que 75 mL de agua, contenidos en el matraz de calentamiento, comiencen a hervir desde la temperatura ambiente en un período de 2,5 minutos  $\pm$  5 segundos. Añadir una pequeña cantidad de piedra pómez pulverizada al agua para asegurar una ebullición uniforme. En el caso de que se emplee un calentador de UM, este equipo tiene que conectarse por lo menos 10 minutos antes de la determinación de los requisitos del calentamiento.
- Lavar y llenar una bureta de 50 mL con la solución invertida patrón de 2,5 g/L (6.8.4.9) y llenar otra bureta de 50 mL con agua.
- Pipetear 20 mL de la solución de Fehling mixta (6.8.4.10) al matraz de ebullición y añadir 15 mL de agua por medio de la bureta. Añadir después 39 mL de la solución invertida patrón neutra de 2,5 g/L (6.8.4.9) por medio de la bureta obteniéndose así un volumen total de 74 mL. Añadir una pequeña cantidad de piedra pómez pulverizada (6.8.4.11) y un par de gotas de parafina líquida como antiespumante (6.8.4.7). Mezclar las soluciones agitando cuidadosamente.
- Colocar el matraz en el dispositivo de calentamiento y calentar la solución hasta el punto de ebullición. Fijar el reloj y dejar hervir la solución durante exactamente 2 minutos. Añadir 4 gotas de solución de azul de metileno (6.8.4.3). Completar la valoración añadiendo lentamente la solución invertida de la bureta.
- Añadir la solución invertida en pequeños incrementos que se irán reduciendo progresivamente, comenzando con adiciones de 0,2 mL y luego de 0,1 mL y finalmente gota a gota. Completar la valoración en 1 minuto  $\pm$  5 segundos contando a partir del momento en el que añadió la solución de azul de metileno. Esto da un período de ebullición total de 3,0



minutos  $\pm$  5 segundos. El punto final de la valoración se alcanza cuando desaparece el color azul del indicador y la solución presenta un color rosado tenue producido por el óxido de cobre precipitado. Si es necesario, repetir el ensayo para alcanzar el punto final después del intervalo correcto. En ningún momento durante el ensayo deberá retirarse el matraz de la fuente de calentamiento o agitarlo.

- Registrar el título. Si la solución de Fehling es de la concentración correcta, 20 mL de la misma requieren unos 40,0 mL de la solución invertida, dando un volumen total de la solución de 75 mL. En el caso de que el título sea menor que 40,0 mL, la disolución es deficiente en cobre. Si se requieren más de 40 mL, hay demasiado cobre presente en la solución. En ambos casos será necesario ajustar la solución añadiendo más sulfato de cobre o diluyendo con agua.
- Después de que se haya efectuado cualquier ajuste en la concentración de la solución de cobre, llevar a cabo nuevamente el procedimiento de estandarización.
- Si la solución de Fehling es de intensidad correcta, 20 mL equivalen a 100 mg de azúcar invertido.

#### 6.8.7.3 Soluciones de muestras

- Azúcar crudo y especialidades de azúcar. Trasvasar una cantidad pesada exactamente de la muestra de azúcar (10 g a 40 g) a un matraz aforado de 100 mL de clase A, disolver en 50 mL – 60 mL de agua destilada, enrasar con agua destilada hasta llenar el matraz y mezclar cuidadosamente. Llenar con agua destilada hasta el enrase y agitar bien.
- Ajustar el peso de la muestra de azúcar de forma que se obtenga una concentración de 250 a 400 mg/ 100 mL de azúcares reductores en la solución. En el caso de que haya un contenido muy bajo de azúcares reductores, será necesario añadir invertido adicional.
- Soluciones de ensayo con un contenido de azúcar invertido menor de 250 mg/ 100mL. En el caso de que la concertación de azúcar invertido de la solución de ensayo se encuentre por debajo de 250 mg/ 100 mL, añadir invertido por medio de la adición de un volumen conocido de solución patrón de invertido (esto es, la solución invertida patrón neutra de 2,5



g/L descrita en 6.8.4.9) para poder obtener una muestra diluida con una concentración final de invertido dentro del rango deseado.

#### 6.8.7.4 Valoración de la muestra

Asegurarse de que el dispositivo de calentamiento opera bajo condiciones descritas. Lavar y llenar la bureta con la solución de ensayo. Tomar otra bureta, llenarla con agua y llevar a cabo el ensayo preliminar.

Pipetear 20 mL de la solución de Fehling (6.8.4.10) hacia el matraz de ebullición, introducir 20 mL de la solución muestra, añadir una pequeña cantidad de piedra pómez pulverizada (6.8.4.11) y un par de gotas de antiespumante (6.8.4.7).

Colocar el matraz en el dispositivo de calentamiento, llevar la solución a ebullición y añadir 4 gotas de la solución de azul de metileno (6.8.4.3).

**NOTA 5:** Si el color azul de la solución se pierde, la solución de ensayo es demasiado concentrada y tiene que prepararse otra menos concentrada.

Valorar añadiendo primero incrementos de 2 mL de la solución de ensayo y reduciendo luego progresivamente las adiciones hasta 0,2 mL con el fin de obtener el punto final en un minuto, contado desde el momento en el que la solución comience a hervir. El punto final se manifestará por la desaparición del color azul del indicador, volviéndose la solución de color rosado tenue, producido por el óxido de cobre precipitado. Registrar el título.

**NOTA 6:** Si después de la adición de 50 mL el color azul aún no ha desaparecido, el contenido de invertidos es menor que 2 mg/mL. Preparar entonces una solución de ensayo más concentrada y repetir el análisis.

Llevar a cabo otro ensayo añadiendo al matraz de ebullición 20 mL de la solución de Fehling, el volumen de la solución de ensayo obtenido en primera valoración menos 0,5 mL y suficientemente agua de la bureta para dar un volumen de 75 mL. Tras 2 minutos de ebullición, añadir 4 gotas de azul de metileno y completar la valoración primero con incrementos de 0,1 mL y al final gota a gota. La valoración deberá completarse en 1 minuto  $\pm$  5 segundos, dando así un tiempo total de ebullición de 3 minutos  $\pm$  5 segundos. Registrar el título y emplearlo para calcular los azúcares reductores.



Repetir la valoración en las mismas condiciones

### 6.8.8 Expresión de resultados

#### 6.8.8.1 Cálculo de los azúcares reductores.

En el caso de que se mida la muestra en volumen, calcular el peso de muestra por 100 mL basándose en la masa aparente (en aire) por unidad de volumen (g/mL) empleando el valor de Brix que se midió según el epígrafe 6.8.7.3.

Si es necesario, calcular la cantidad de sacarosa en 100 mL de la solución que se está valorando, a partir del porcentaje de muestra y su porcentaje aproximado de sacarosa. Si se mide la cantidad de muestra en volumen, estimar el contenido de sacarosa empleando la masa aparente (en aire) por la unidad de volumen empleando el valor del Brix (medido según se describe en 6.8.7.3) y una pureza supuesta, es decir, si la pureza supuesta = 80 % y Brix = 20 %.

Entonces la masa aparente (en aire) por unidad de volumen = 1,080 g/mL

Por lo tanto:

$$\text{Sacarosa (g por 100 mL)} = \frac{80}{100} \times 20 \times \frac{1}{1,08}$$

El contenido de azúcares reductores está dado por la siguiente fórmula:

$$\text{Azúcares reductores (\%)} = \frac{1000 f}{V_t c_t} - \frac{c_s V_s}{c_t}$$

En donde:

$c_t$  es la concentración (g/100 mL) de muestra en la solución de ensayo.

$V_t$  es el volumen (mL) de la solución de ensayo empleada en la valoración.

$c_s$  es la concentración (g/100 mL) del patrón.

$V_s$  es el volumen (mL/100 mL) del patrón de invertidos añadido, si es necesario.



$f$  es el factor de corrección basado en la cantidad de sacarosa real, presentado en Tabla 5 (véase tabla 5).

**Tabla 5. Corrección de la sacarosa, aplicable en el método a volumen constante de Lane y Eynon**

g Sacarosa presentes en el volumen de ensayo de la solución	Factor de corrección $f$
0,0	1,000
0,5	0,988
1,0	0,975
2,0	0,950
3,0	0,934
4,0	0,917
5,0	0,906
6,0	0,894
7,0	0,884
8,0	0,874
9,0	0,865
10,0	0,856
12,0	0,844
14,0	0,829
16,0	0,816
18,0	0,805
20,0	0,794

En el caso de que no se añada invertidos, el segundo término es cero y:

$$\text{Azúcares reductores (\%)} = \frac{1000 f}{V_{t0t}}$$

La cantidad de sacarosa (g) presente en la mezcla es igual a la sacarosa (g/100 mL) en la mezcla de la valoración X 0,01  $V_t$ .

Para cantidades de sacarosa situadas entre dos números consecutivos en la Tabla 5 (véase tabla 5), interpolar el factor de corrección.



#### 6.8.8.2 Precisión

Los ensayos desarrollados por el ICUMSA del año 1998 dieron una relación de Horwitz de 12,52 (véase 9.4).

### 7 ALMACENAMIENTO Y TRANSPORTE

El azúcar líquido objeto de la presente norma se debe de almacenar en condiciones sanitarias adecuadas, en tanques de acero inoxidable y/o envases plásticos grado alimenticio.

El transporte debe contar con los accesorios necesarios para una descarga sanitaria, asegurando el uso de sellos de seguridad en el equipo para garantizar su integridad.

### 8 VIGENCIA

La presente norma mexicana una vez que concluya su período de consulta pública, entrará en vigor al día siguiente de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

### 9 BIBLIOGRAFÍA

- Ley Federal sobre Metrología y Normalización, Diario Oficial de la Federación del 1 de julio de 1992.
- NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.
- 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.
- International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA). Libro de Métodos. Ed. Bartens, Berlin, Germany.



- Método Oficial GS1/2/3/4/7/8/9-23 (2007) Determinación del pH con un método directo en azúcar crudo, melaza, jugos y jarabes.
- Método Oficial GS2/3-18 (2007) Determinación de la turbidez en soluciones de azúcar blanco.
- Método Oficial GS2/3/9/-19 (2007) Determinación de materia insoluble en azúcar blanco mediante filtración por membrana.
- Método Oficial GS2/3-40 (2007) Prueba ICUMSA de 10 días de floculación en bebidas gaseosas para azúcar blanco.
- Método Oficial GS2/3-9 (2005) Determinación del color en solución del azúcar blanco a pH 7,0.
- Método Oficial GS1/3/7-3 (2005) Determinación de azúcares reductores en azúcar crudo de caña, en productos del procesado de la caña y en especialidades de azúcar mediante el método de Lane y Eynol a volumen constante.
- Método Oficial Gs/3-17 (2002) Determinación de cenizas conductimétricas en productos de azúcar refinado.
- Método Oficial GS2/3-35 (2000) Determinación de sulfitos en productos de azúcar refinado excluyendo los azúcares morenos, por medio de un método enzimático.
- International Society of Beverage Technologists. Liquid Sucrose Quality Guidelines and Analytical Procedures. Abril, 2006.

## 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 06 de noviembre de 2013**

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

MGAMM/EMZ/RRM