

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

DETERMINACION DE LA DISTRIBUCION GRANULOMETRICA EN AZUCAR MEDIANTE TAMIZADO. METODO MA-CV SEGUN POWERS

Determination of particle size distribution
of sugar by sieving. MA-CV method according to Powers

Descriptores: Determinación; Estructura granular; Azúcar;
Tamizado.

1. Edición

Noviembre 2000

ICS: 67.180.10

REPRODUCCION PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana.
Teléf.: 30-0835 Fax: (537) 33-8048 E-mail: ncnorma@ceniai.inf.cu

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba que representa al país ante las Organizaciones Internacionales y Regionales de Normalización.

La preparación de las Normas Cubanas se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. La aprobación de las Normas Cubanas es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en evidencias de consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido preparada por el **NC/CTN 49 de Azúcares** integrado por las siguientes instituciones:
 - Ministerio del Azúcar.
 - Ministerio de Ciencia Tecnología y Medio Ambiente.
 - Ministerio del Comercio Exterior.
 - Ministerio del Comercio Interior.
 - Ministerio de la Industria Alimenticia.
 - Ministerio de Salud Pública.
- Emplea un tratamiento matemático que se corresponde con el recogido por el método GS2-37 catalogado como aceptado por la ICUMSA.
- Consta del Anexo A, informativo

© NC, 2000

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por alguna forma o medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias o microfilmes, sin el permiso previo escrito de:

**Oficina Nacional de Normalización (NC).
Calle E No. 261 Ciudad de La Habana, Habana 3. Cuba.**

Impreso en Cuba

Indice

| | |
|---|----|
| Introducción | IV |
| 1 Alcance y esfera de aplicación | 1 |
| 2 Fundamento del método | 1 |
| 3 Reactivos | 1 |
| 4 Utensilios e instrumentos | 1 |
| 5 Procedimiento | 2 |
| 6. Expresión de los resultados | 2 |
| Anexo A (informativo)Tabla 1 — Eventual distribución cristalométrica de un azúcar crudo | 4 |
| Figura 1 — Gráfico según el método de Powers | 5 |
| Bibliografía | 8 |

Introducción

La determinación del tamaño y la uniformidad de los cristales de azúcar crudo reviste gran importancia a causa de las afectaciones que estos parámetros provocan durante su afinación. En la actualidad se aplican diferentes métodos matemáticos para determinar la distribución cristalométrica del azúcar después de lavada y tamizada. Mediante estos métodos es posible expresar estas características de los azúcares en función de dos parámetros, que son independientes del tamaño y tipo de las mallas empleadas en el análisis, éstos son la abertura media (MA) y el coeficiente de variación (CV). Este método se denomina MA-CV y es el oficial del MINAZ para la determinación de tamaño de grano y está recogido en el Manual de Métodos Analíticos para el Control Unificado (MACU).

DETERMINACION DE LA DISTRIBUCION GRANULOMETRICA EN AZUCAR MEDIANTE TAMIZADO. METODO MA-CV SEGUN POWERS

1 Alcance y esfera de aplicación

El método MA-CV es apropiado para determinar la distribución granulométrica de todos los azúcares cristalinos que presentan una distribución normal o casi normal. No se recomienda para azúcares finos ni para aquéllos que se apartan de la distribución normal.

2 Fundamento del método

Se basa en la hipótesis, cierta para la mayoría de los azúcares, de que la distribución cristalométrica del azúcar es normal, o sea, que cumple con la ley de distribución probabilística de Gauss. Esta hipótesis se comprueba al relacionar los porcentajes acumulativos retenidos por los tamices con la abertura de las mallas en un papel de probabilidad aritmética, ya que se obtiene una línea recta. A la abertura de la malla que deja pasar (o retiene) el 50 % de la porción de ensayo se le denomina abertura media (MA), acorde con esto el coeficiente de variación (CV) se define como la desviación típica expresada como porcentaje de la abertura media (MA). Así el método MA-CV permite la clasificación cristalométrica de un azúcar mediante una dimensión media y un índice que describe la variabilidad de las dimensiones de los cristales alrededor de este valor.

3 Reactivos

EL METANOL ES UNA SUSTANCIA MUY TÓXICA; PELIGROSA, TANTO AL INGERIRSE COMO AL INHALARSE O ABSORBERSE A TRAVÉS DE LA PIEL. SE HA DE MANTENER BUENA VENTILACIÓN EN EL LABORATORIO PARA EVITAR SU ACUMULACIÓN EN EL AIRE O UTILIZAR PREFERIBLEMENTE CAMPANA NEUMÁTICA

3.1 Metanol, $\rho_{20} = 0.79 \text{ g/ml}$

3.2 2-propanol, $\rho_{20} = 0.78 \text{ g/ml}$

4 Utensilios e instrumentos

4.1 Erlenmeyer de 500 ml

4.2 Hoja de papel de aprox. 60 x 60 cm

4.3 Papel de probabilidad aritmética

4.4 Juego de tamices de 200 mm de diámetro que posean malla cuadrada e incluya colector inferior y tapa. La abertura de los tamices debe estar certificada, preferiblemente por el fabricante, y en general éstos han de cumplir las normas de la ISO (**International Organization for Standardization**) o las de un estándar nacional equivalente.

4.5 Vibrador mecánico que rinda resultados lo más cercanos posible a los obtenidos por el estándar ISO para tamizado manual. Esto requiere un accionar mecánico que continuamente mueva la muestra a través de toda la superficie de cada tamiz y a la vez incorpore un movimiento de ascen-

so y descenso al conjunto de tamices. La magnitud nominal de la elevación debe ser aprox. 5 mm y la frecuencia, al menos, 120 veces por min; condiciones que lo asemejan al tamizado manual de referencia. Los vibradores mecánicos Inclyno Mod I (fabricado por Pascall Engineering Co Ltd, Crawley, UK y los modelos VS1000 ó VE1000 (que fabrica la Retsch-Haan, Germany) u otros que ofrezcan las características estipuladas son apropiadas. Los vibradores mecánicos que sólo originan un movimiento vibratorio rápido no son apropiados y podrían producir resultados diferentes.

4.6 Balanza que aprecie 0.1 g

4.7 Agitador de frascos (preferiblemente de brazos con pinzas, aunque puede ser del tipo orbital)

4.8 Timer

5 Procedimiento

5.1 Preparación de la porción de ensayo. Mezcle bien la muestra de azúcar sin dañar los cristales. Pese aprox. 120 g, deposítelos en el Erlenmeyer, adiciónale 50 ml (ó 39.5 g) de metanol (3.1), tápelo y fíjelo (inclinado 45°) en el agitador de frascos (4.7) o colóquelo en el vibrador, mantenga la agitación durante 10 min (4.8). Decante y repita el lavado con metanol y dos veces con 2-propanol (3.2). En cada lavado use siempre el mismo volumen (120 ml). Si no puede hacer el tratamiento con metanol y 2-propanol, realice tres lavados con porciones de 150 ml (ó 121.0 g) de etanol 96 % V/V, saturado previamente con azúcar refino de alta calidad.

Decante, extienda el azúcar, empleando un agitador de vidrio, sobre el papel (4.2) y remuévala cada 5 min (4.8) para evitar que se formen conglomerados (¡cuidado de no romper los cristales!). Realice esta operación hasta que la porción de ensayo esté completamente seca.

5.2 Selección de los tamices. Seleccione una serie de tamices (4.4) (al menos cuatro) de forma que entre el 10 y el 20 % de la porción de ensayo quede retenida en el tamiz superior e igual cantidad pase a través del inferior, y en ninguno de los tamices intermedios se acumule más del 30 %. Asegúrese de que todos los tamices seleccionados estén limpios y secos. Si es necesario lávelos con agua tibia y séquelos a temperatura inferior a 75 °C.

5.3 Tamizado. Pese cada tamiz y el colector inferior hasta ± 0.1 g (4.6), colóquelos en orden decreciente respecto a la abertura de sus mallas, incluya el colector inferior y la tapa. Pese 100.0 g de la porción de ensayo (5.1) y deposítela, con cuidado, en el tamiz superior. Coloque el conjunto de tamices en el vibrador y hágalo funcionar 10 min (4.8). Separe los tamices del vibrador y, con cuidado, pese cada tamiz y el colector inferior hasta ± 0.1 g para determinar la masa de azúcar retenida en cada uno.

6. Expresión de los resultados

6.1 Determinación de la masa retenida en cada tamiz y en el colector inferior. Para ello reste a la masa del tamiz lleno la del vacío correspondiente (5.3), esta masa representa el porcentaje m/m (referida a la masa de la porción de ensayo). Construya una tabla que incluya la abertura de la malla, porcentaje de masa retenida y porcentaje de masa acumulativa retenida (vea tabla 1 en Anexo B (Informativo)). Aproxime todos los resultados hasta 0.1 % m/m.

Acorde con el gráfico determine la abertura que retiene el 50 % (A_{50}), así como las correspondientes al 16 % (A_{16}) y al 84 % (A_{84}).

Entonces:

$$MA = A_{50} = 0.94 \text{ mm}$$

Por otro lado, como la diferencia entre las aberturas extremas (A_{16} y A_{84}) es igual al duplo de la desviación típica de la distribución tenemos que:

$$CV = \frac{A_{16} - A_{84}}{2} \times \frac{100}{MA}$$

$$CV = \frac{1.26 - 0.59}{2} \times \frac{100}{0.94} = 36 \%$$

donde:

A_{16} es la abertura, en mm, que en el gráfico corresponde a 16 % (acumulativo) de la porción de ensayo

A_{84} es la abertura, en mm, que en el gráfico se corresponde con 84 % (acumulativo) de la porción de ensayo

MA es la abertura, en mm, correspondiente al 50 % (acumulativo) de la porción de ensayo y se le denomina abertura media (MA).

6.2 Precisión. Aproxime la abertura media hasta la centésima y el coeficiente de variación sólo hasta la unidad. Si reporta grano sobre tamiz 0.84 aproxime el resultado hasta la unidad. No se tienen datos sobre la repetibilidad ni la reproducibilidad del método.

Anexo A
(informativo)

Tabla 1 — Eventual distribución cristalométrica de un azúcar crudo

| Tamaño de malla | Porcentaje de muestra retenida sobre cada tamiz | Porcentaje de muestra acumulativa retenida |
|-----------------|---|--|
| mm | | |
| 1.40 | 9.3 | 9.3 |
| 1.18 | 13.4 | 22.7 |
| 0.84 | 35.2 | 57.9 |
| 0.59 | 25.2 | 83.1 |
| 0.42 | 11.1 | 94.2 |
| Col. Inf. | 5.8 | 100.0 |

El método de Powers, que asume una distribución normal o gaussiana del tamaño de los cristales de azúcares granulados, calcula los parámetros MA y CV acorde con el siguiente procedimiento: construya un gráfico sobre un papel de probabilidad aritmética situando los porcentajes de la muestra acumulativa retenida sobre el eje de las probabilidades y las aberturas de las mallas en el eje lineal. Trace la mejor recta a través de estos puntos (vea figura 1).

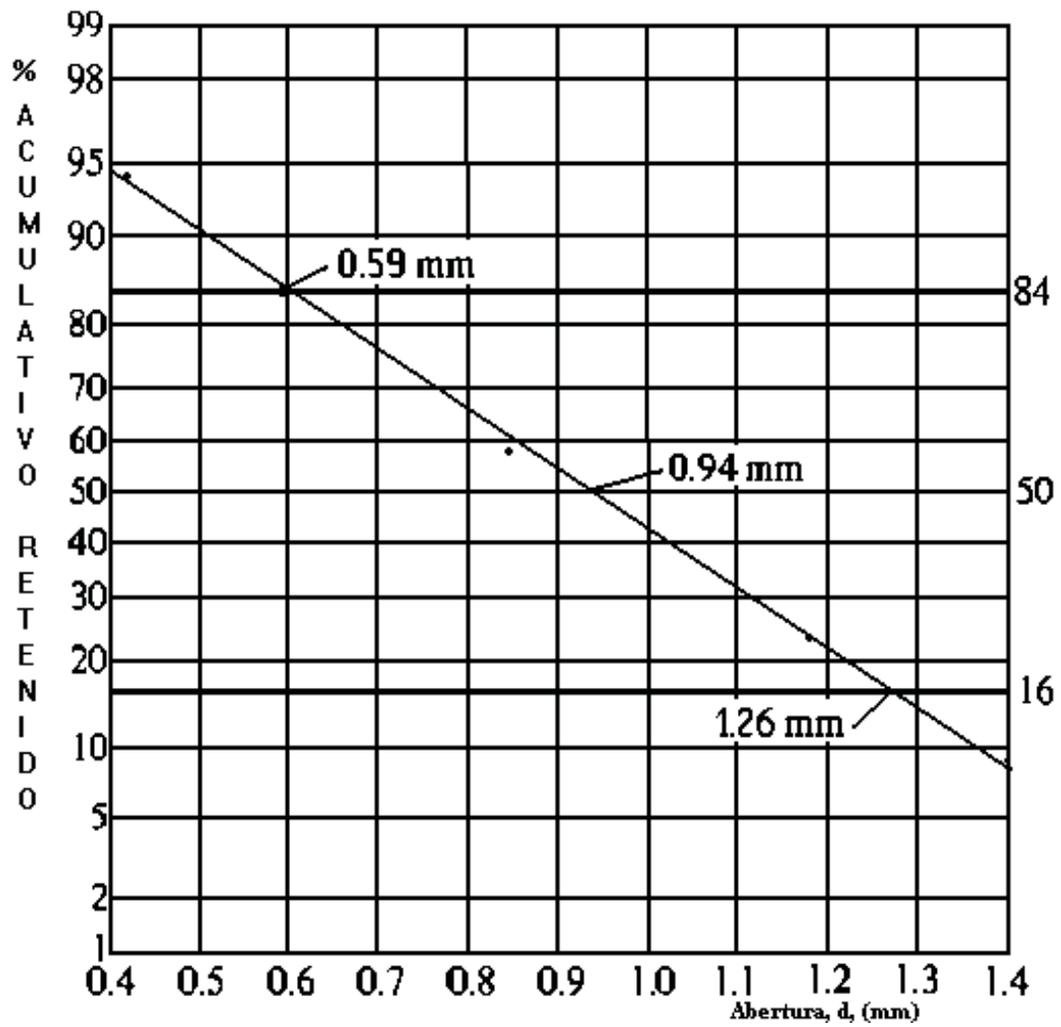


Figura 1 — Gráfico según el método de Powers

Tabla de equivalencia entre los tamices de diferentes países

| | ESPAÑA | ALEMANIA | | | USA | | | | INGLATERRA | | Francia | RUSIA | Internacional |
|-----|----------------|----------------|-----|-----------------|-------------|------|--------------|-----|---------------|------|-------------------------|-------------|----------------|
| | UNE7050 m/m | DIN 171 m/m | No. | DIN 4148 m/m | ASTM m/m | No. | TYLER m/m | No. | BS 410 m/m | No. | AFNOR XII-501 m/m | GOST m/m | ISO-TC2 m/m |
| 50 | 25 | - | | 25 | 25.4 | | - | | 25.4 | 1 | - | - | - |
| 51 | | - | | - | 22.2 | | 22.43 | | 22.23 | 7/8" | - | - | 22.4 |
| 52 | 20 | - | | 20 | - | | - | | - | - | - | - | - |
| 53 | | - | | 18 | 19.1 | | 18.85 | | 19.05 | 3/4" | - | - | - |
| 54 | 16 | - | | 16 | 15.9 | | - | | 15.88 | 5/8" | - | - | 16 |
| 55 | | | | | | | | | | | | | |
| 56 | 12.5 | - | | 12.5 | 12.7 | | - | | 12.7 | 1/2" | - | - | - |
| 57 | | | | | | | | | | | | | |
| 58 | 10 | 10 | | 10 | - | | - | | - | - | - | - | - |
| 59 | | | | | | | | | | | | | |
| 60 | 8 | 8 | | 8 | 7.93 | | 7.923 | 2.5 | - | - | - | - | 8 |
| 61 | | | | | | | | | | | | | |
| 62 | 6.3 | 6 | | 6.3 | 6.35 | 3 | - | | 6.35 | 3 | 6 | - | - |
| 63 | - | - | | - | 5.66 | 3.5 | - | | - | - | - | - | - |
| 64 | 5 | 5 | | 5 | - | | - | | - | | 5 | - | 5 |
| 65 | - | - | | - | 4.76 | 4 | - | | - | | - | - | - |
| 66 | 4 | 4 | | 4 | 4 | 5 | 3.962 | 5 | - | | 4 | - | 4 |
| 67 | | | | | | | | | | | | | |
| 68 | 3.2 | 3 | | 3.15 | 3.36 | 6x | - | | 3.18 | 1/8" | 3.15 | - | - |
| 69 | - | - | | - | 2.83 | 7 | 2.794 | 7 | 2.812 | 6 | - | - | 2.8 |
| 70 | 2.5 | 2.5 | | 2.5 | 2.38 | 8 | 2.362 | 8 | 2.411 | 7 | 2.5 | 2.5 | - |
| 71 | | | | | | | | | | | | | |
| 72 | 2 | 2 | 3 | 2 | 2 | 10 | 1.981 | 9 | 2.057 | 8 | 2 | 2 | 2 |
| 73 | | | | | | | | | | | | | |
| 74 | 1.6 | - | | 1.6 | 1.68 | 12x | 1.651 | 10 | 1.6 | 10 | 1.6 | 1.6 | - |
| 75 | | 1.5 | 4 | - | 1.41 | 14 | 1.397 | 12 | 1.405 | 12 | - | - | 1.4 |
| 76 | 1.25 | - | | 1.25 | - | | - | | - | | 1.25 | 1.25 | - |
| 77 | - | 1.2 | 5 | - | 1.19 | 16 | 1.168 | 14 | 1.204 | 14 | - | - | - |
| 78 | 1 | 1 | 6 | 1 | 1 | 18 | 0.991 | 16 | 1.003 | 16 | 1 | 1 | 1 |
| 79 | | | | | | | | | | | | | |
| 80 | 0.80 | - | | 0.80 | 0.84 | 20x | 0.833 | 20 | 0.83 | 18 | 0.8 | 0.8 | - |
| 81 | - | 0.75 | 8 | - | 0.71 | 25 | 0.701 | 24 | 0.699 | 22 | - | 0.7 | 0.71 |
| 82 | 0.63 | 0.6 | 10 | 0.63 | 0.59 | 30x | 0.589 | 28 | - | | 0.63 | 0.63 | - |
| 83 | - | 0.54 | 11 | - | - | | - | | - | | - | - | - |
| 84 | 0.50 | 0.50 | 12 | 0.50 | 0.50 | 35 | 0.495 | 32 | 0.50 | 30 | 1.50 | 0.50 | 0.50 |
| 85 | - | 0.43 | 14 | - | - | | - | | - | | - | - | - |
| 86 | 0.40 | 0.40 | 16 | 0.40 | 0.42 | 40x | 0.417 | 35 | 0.422 | 36 | 0.4 | 0.4 | - |
| 87 | - | - | | - | 0.35 | 45 | 0.351 | 42 | 0.353 | 44 | - | 0.355 | 0.355 |
| 88 | 0.32 | 0.3 | 20 | 0.315 | 0.297 | 50x | 0.294 | 48 | - | | 0.315 | 0.315 | - |
| 89 | | | | | | | | | | | | | |
| 90 | 0.25 | 0.25 | 24 | 0.25 | 0.25 | 60 | 0.246 | 60 | 0.251 | 60 | 0.25 | 0.25 | 0.25 |
| 91 | | | | | | | | | | | | | |
| 92 | 0.20 | 0.20 | 30 | 0.20 | 0.210 | 70x | 0.208 | 65 | 0.211 | 72 | 0.2 | 0.2 | - |
| 93 | | | | | 0.177 | 80 | 0.175 | 80 | 0.178 | 85 | | 0.18 | 0.18 |
| 94 | 0.160 | | | 0.160 | - | | - | | - | | 0.160 | 0.160 | - |
| 95 | - | 0.150 | 40 | - | 0.149 | 100x | 0.147 | 100 | - | | - | - | - |
| 96 | 0.125 | | | 0.125 | 0.125 | 120 | 0.124 | 115 | 0.124 | 120 | 0.125 | 0.125 | 0.125 |
| 97 | - | 0.120 | 50 | - | - | | - | | - | | - | - | - |
| 98 | 0.100 | 0.100 | 60 | 0.100 | 0.105 | 140x | 0.104 | 150 | 0.104 | 150 | 0.100 | 0.100 | - |
| 99 | | 0.090 | 70 | 0.090 | 0.088 | 170 | 0.088 | 170 | 0.089 | 170 | | 0.090 | 0.090 |
| 100 | 0.080 | - | | 0.080 | - | | - | | - | | - | 0.080 | - |
| 101 | - | 0.075 | 80 | 0.071 | 0.074 | 200x | 0.074 | 200 | 0.076 | 200 | - | 0.071 | - |
| 102 | 0.063 | 0.060 | 100 | 0.063 | 0.062 | 230 | 0.062 | 230 | - | | - | 0.063 | 0.063 |
| 103 | - | - | | 0.056 | - | | - | | - | | - | 0.056 | - |
| 104 | 0.050 | 0.050 | 110 | 0.050 | 0.053 | 270x | 0.053 | 270 | 0.053 | 300 | 0.050 | 0.050 | - |
| 105 | - | 0.045 | | 0.045 | 0.044 | 325 | 0.043 | 325 | 0.044 | 350 | - | 0.045 | 0.045 |
| 106 | 0.040 | 0.040 | 130 | 0.040 | - | | - | | - | | 0.040 | - | - |
| 107 | - | 0.037 | 150 | - | 0.037 | 4002 | 0.037 | 400 | - | | - | - | - |

Bibliografia

Schneider F, ed (1979): Sugar Analysis: ICUMSA Methods, 143

Proc 11th Session ICUMSA, 1954, 87

Proc 15th Session ICUMSA, 1970

Proc 18th Session ICUMSA, 1982

Proc 20th Session ICUMSA, 1990, 8

ICUMSA Methods Book (1994): Method GC2-37

Laboratory Manual for South African Sugar Factories, South African Sugar Technologist Association, Natal 1984.

The Standard Laboratory Manual for Australian Sugar Mills, volume 2 Analytical Methods and tables. Bureau of Sugar Experiment Stations, 1991.