

## CEREALES Y PRODUCTOS DE CEREALES MOLIDOS. DETERMINACION DE CENIZAS TOTALES (ISO 2171:1993, IDT)

Cereals and milled cereal products.  
Determination of total ash

---

ICS: 67.060

1. Edición

Abril 2002

**REPRODUCCION PROHIBIDA**

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana.  
Teléf.: 830-0835 Fax: (537) 33-8048 E-mail: nc@ncnorma.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 elaborada por el NC/CTN 67 de Cereales. Legumbres y Productos Derivados, integrado por las entidades siguientes:
  - Instituto de Investigaciones de la Industria Alimenticia (IIIA-MINAL)
  - Unión Molinera, MINAL
  - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos (INHA-MINSAP)
  - Laboratorio CUBACONTROL S.A.
  - Centro Nacional de Inspección de la Calidad (CNICA-MINAL)
  - Ministerio de Comercio Interior
  - Alimport (MINCEX)
  - Unión Confitera
  - Empresa de Cereales José Antonio Echeverría
  - Empresa de Cereales Turcios Lima
  - Empresa de Cereales Cienfuegos
  - Empresa de Cereales Santiago
  - Organización Económica Estatal de Panificación
  - Escuela Nacional de Panadería
  - Empresa Cubana del Pan
  - Empresa Alimenticia C. de La Habana
  - Unión Complejo Agroindustrial Arroceros
  - Instituto de Investigaciones en Normalización (ININ-ONN)
  - Oficina Nacional de Normalización
- Es una adopción idéntica por el método de traducción de la *ISO 2171:1993 Cereals and milled cereal products- Determination of total ash*.
- Sustituye a la NC 86-03:1984 Cereales. Granos y Harinas. Determinación del contenido de cenizas.
- Consta del anexo A (informativo)

© **NC, 2002**

**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**

## CEREALES Y PRODUCTOS DE CEREALES MOLIDOS. DETERMINACIÓN DE CENIZAS TOTALES

### 1 Objeto

Esta norma establece un método para la determinación del contenido de cenizas en los cereales y productos de cereales molidos destinados al consumo humano.

Esta norma no es aplicable a féculas, derivados de féculas ni a cereales y productos derivados de cereales con destino a la alimentación animal (para los cuales se describen métodos en la ISO 3593 y la 5984, respectivamente), ni tampoco es aplicable para semillas de cereales y granos para siembras.

### 2 Referencias normativas

Las siguientes normas contienen disposiciones que, al ser citadas en el texto, constituyen disposiciones de esta Norma Cubana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos sobre la base de la misma, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente. La Oficina Nacional de Normalización posee en todo momento la información sobre las normas internacionales, regionales y cubanas en vigencia.

NC-ISO 712:2002 Cereales y Productos de Cereales. Determinación del contenido de humedad. Método de referencia de rutina.

### 3 Definición

A los fines de esta Norma, se aplica la siguiente definición:

**3.1 cenizas:** Residuo incombustible obtenido después de la incineración de acuerdo con el método dado en esta norma.

### 4. Principio

La incineración de la porción de ensayo en una atmósfera oxidante a la temperatura de  $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ , hasta que la combustión de la materia orgánica se complete y posteriormente se pesa el residuo obtenido.

## 5 Reactivos

### 5.1 Etanol 95 % (v/v) min

## 6 Aparatos

### 6.1 Molino, que tenga las siguientes características:

- a) fácil de limpiar y que tenga el menor espacio muerto posible.
- b) que permita que la molienda se realice rápida y uniformemente sin apreciable generación de calor y tanto como sea posible, restringir el contacto con el aire del ambiente.
- c) capaz de proveer material molido que reúna los siguientes requerimientos en cuanto al tamaño de partículas:

> 1,7 mm	0 %
> 1,0 mm	< 10 %
> 0,5 mm	< 50 %

**6.2 Crisoles** preferiblemente de platino o cualquier otro material que no se afecte bajo las condiciones experimentales; de al menos 20 ml de capacidad, fondo plano y con al menos 15 cm<sup>2</sup> de área de superficie (por ejemplo, diámetro 40 mm a 60 mm y altura de 30 mm máximo.)

**6.3 Horno eléctrico**, revestido con aislamiento, con adecuada ventilación, provisto de control de temperatura y cubierta refractaria, la cual no permita la pérdida de partículas a la temperatura de incineración y capaz de mantener la temperatura de 900°C + 10°C.

**6.4 Desecadora**, (diámetro interno de alrededor de 18 cm) con tubo, con plato perforado de porcelana o de aluminio y con cloruro de calcio, pentóxido de fósforo o sílica gel azul como agente secante.

**6.5 Balanza analítica**, con precisión de 0,1mg

**6.6 Plato resistente al calor**

## 7 Muestreo

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

El muestreo no se incluye en esta Norma. Se recomienda el método de muestreo ISO 13690.

## 8. Preparación de la muestra de ensayo

### 8.1 Cereales enteros o productos molidos con alta granulación.

Moler unos cuantos gramos del producto con el molino (6.1) y desechar esta molienda.

Posteriormente moler alrededor de 25 g del producto. En el caso de cereales enteros se recomienda tomar todas la moliendas de la muestra de ensayo para evitar separación de los diferentes componentes del grano.

### 8.2 Productos molidos de baja granulación.

Los productos molidos que contengan partículas menores que 1.7mm [conteniendo menos del 10% (*m/m*) mayor que 1 mm y más del 50 % (*m/m*) menores de 0,5 mm], no requieren molerse nuevamente.

## 9. Procedimiento

### 9.1 Preparación de los crisoles

Limpiar los crisoles (6.2) sean estos nuevos o previamente utilizados, por ejemplo, con ácido clorhídrico diluido hirviendo, después enjuagarlos con abundante agua corriente y por último con agua destilada.

Inmediatamente antes de usarlos, calentar los crisoles en el horno (6.3) a la temperatura de 900°C, hasta que tengan un peso constante, normalmente 15 min es suficiente.

Refreshar hasta la temperatura ambiente en la desecadora (6.4) por lo menos 1 h y pesar con una precisión de 0,1mg.

### 9.2 Determinación del contenido de humedad.

La determinación del contenido de humedad en la muestra de ensayo deberá ser llevada a cabo inmediatamente y de acuerdo con la NC ISO 712.

### 9.3 Preparación de la porción de ensayo.

De la muestra de ensayo preparada de acuerdo con 8, proceder de la siguiente forma.

- a) (5g a 6g)  $\pm$  0,01g para la harina cuyo contenido de cenizas se espera que sea menor que 1% sobre una base seca.
- b) (2g a 3g)  $\pm$  0,01g para aquellos productos cuyo contenido de cenizas se espera que sea mayor que 1% sobre una base seca.

Colocar la porción de ensayo (a) o (b), de acuerdo con el contenido de cenizas esperado, en el crisol, preparado y pesado como se describe en 9.1. Esparcir el material sin presionarlo hasta formar una capa uniforme y pesar rápidamente lo más cercano posible a 0,001g.

#### 9.4 Incineración

Para lograr una incineración uniforme, inmediatamente antes de incinerar, humedecer con 1ml o 2ml de etanol (5.1) la porción de ensayo, que se encuentra en el crisol.

Colocar el crisol a la entrada del horno con la puerta abierta y después que la muestra haya ardido empujar el crisol hacia el interior del horno a la temperatura de 900°C. Con la puerta del horno cerrada, deberá proporcionarse una adecuada ventilación, pero deberá evitarse que la corriente sea tan fuerte como para arrastrar la sustancia del crisol.

Llevar a cabo la incineración hasta que toda la sustancia, incluida las partículas de carbón en el residuo, hayan sido incineradas completamente.

La incineración se considera completa cuando el residuo refrescado es blanco o cercano a blanco, lo cual normalmente toma un tiempo de alrededor de 2 h.

#### 9.5 Pesaje del residuo

Cuando la incineración se ha completado y se ha obtenido un color constante, se extrae el crisol del horno. Se enfría sobre un plato resistente al calor (6.6) durante un min y se transfiere a la desecadora (6.4) (vea la nota 1). Debido al carácter higroscópico de la ceniza, tan pronto como se haya alcanzado la temperatura ambiente, pesar rápidamente lo más cercano a 0,1mg.

La masa del crisol vacío y limpio ( 9.1) deberá sustraerse de la masa total para obtener la masa del residuo.

**NOTA 1:** En el caso de ensayos en serie, no deben ponerse más de 4 crisoles simultáneamente en la desecadora (6.4).

### 10 Expresión de los resultados

El contenido de cenizas expresado como por ciento en masa sobre base seca es igual a:

$$m_1 x \frac{100}{m_0} x \frac{100}{100 - H}$$

donde:

$m_0$  es la masa, en gramos, de la porción de ensayo (9.3)

$m_1$  es la masa, en gramos, del residuo (9.5).

$H$  es el contenido de humedad expresado como por ciento por masa de la muestra de ensayo (9.2)

Expresar el resultado lo más cercano a 0,01% ( $m/m$ )

## 11 Precisión

### 11.1 Repetibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados independientes obtenidos usando el mismo método de ensayo, sobre idéntico material de ensayo, en el mismo laboratorio, por el mismo analista, utilizando el mismo equipamiento, dentro de un intervalo corto de tiempo, no debe ser mayor que :

- a) 0.02g si el contenido de cenizas es menor que 1% (m/m) o
- b) 2% de la media aritmética de los 2 resultados, si el contenido de cenizas es 1% (m/m) o más.

Rechace ambos resultados si la diferencia excede los valores de la repetibilidad indicada y lleve a cabo dos nuevas determinaciones.

### 11.2 Reproducibilidad

Los resultados de ensayos interlaboratorio son dados en el anexo A.

## 12 Informe de ensayo

El informe de ensayo debe especificar:

- toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;
- el método de muestreo utilizado, si es conocido;
- el método de ensayo, usado con referencia a esta norma;
- todos los detalles de operación no especificados en esta norma, o considerados;;
- el o los resultados del ensayo obtenidos;
- si la repetibilidad ha sido chequeada, dar el resultado final obtenido.

Se debe también mencionar, cualquiera condición operacional no especificada en esta norma, que sea opcional y que pueda influir en los resultados finales.

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

**Anexo A**  
(informativo)

**RESULTADOS DE UN ENSAYO INTERLABORATORIO**

Se llevó a cabo un ensayo interlaboratorio se llevó a cabo por la Asociación Internacional para la Tecnología y la Ciencia de los Cereales (ICC), en 1989, en el cual participaron 16 laboratorios, en el que cada uno realizó 5 determinaciones de cenizas sobre cada muestra, obteniéndose los resultados estadísticos (evaluados de acuerdo con ISO 5725) mostrados en la tabla A.1:

**Tabla A.1— Determinación de Ceniza**

Muestra	Grano de trigo entero	Harina de trigo I	Harina de trigo II	Harina de trigo cebada	Salvado de avena
Número de laboratorio aceptados, después de eliminar los rechazados	14	13	7	12	12
Contenido de cenizas promedio, % (m/m), base seca.	1,817	0,725	0,516	0,946	2,530
Desviación standard de la repetibilidad $s_r$ % (m/m)	0,0134	0,0104	0,0017	0,0071	0,0150
Coficiente de variación de la Repetibilidad (%)	0,740	1,44	0,336	0,749	0,588
Repetibilidad, 2,83g $s_r$ % (m/m), base seca.	0,0376	0,0292	0,0049	0,0198	0,0420
Desviación standard de la reproducibilidad $s_R$ (%) (m/m), base seca	0,0283	0,0142	0,0118	0,0185	0,0210
Coficiente de variación de reproducibilidad, (%)	1,56	1,95	2,28	1,95	0,837
Reproducibilidad, 2,83 $s_R$ , % (m/m), base seca.	0,0790	0,0397	0,0330	0,0517	0,0590



### **Bibliografia**

[1] ISO 13690:1999, Cereals, pulses and milled product-- Sampling of static batches

[2] ISO 5984: 1978, Animal feeding stuffs—Determination of crude ash.