

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

NORMA CUBANA

NC

379: 2005

**DETERMINACIÓN DEL POL EN AZÚCARES BLANCOS—
MÉTODO GRAVIMÉTRICO DE LA MASA NORMAL**

**The determination of the polarisation of white sugars—
Normal mass gravimetric method**

ICS: 67.180.10

1. Edición Abril 2005
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana.
Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048 Correo electrónico: nc@ncnorma.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC 379: 2005

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 elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del 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 de Comercio Exterior.
 - Ministerio de Comercio Interior.
 - Ministerio de la Industria Alimenticia.
 - Ministerio de Salud Pública.

- Se corresponde con la determinación de pol en azúcar blanco, GS2/3-1, que es un método catalogado como oficial por la ICUMSA.

© NC, 2005

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

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba

Índice

Prefacio	2
Índice	3
Introducción	4
1. Alcance y esfera de aplicación	5
2. Definiciones	5
3. Fundamento del método	5
4. Reactivos	5
5. Utensilios e instrumentos	5
6. Procedimiento	6
7. Expresión de los resultados	7
Anexo	8
Bibliografía	11

0 Introducción

El pol es uno de los parámetros fundamentales para evaluar la calidad del producto final en transacciones comerciales, además de ser un índice de la eficiencia de los procesos de purificación. El pol de los azúcares blancos se puede determinar mediante métodos indirectos, restando de 100 el contenido de impurezas, o directos, basados en la masa normal. Dentro de estos últimos existen variantes que utilizan el enrase a 100 ml y los que pesan la solución de azúcar. El método que se describe a continuación corrige el volumen de la solución mediante pesada, con lo que se mejora la precisión al eliminar los eventuales errores de enrase, es equivalente al método de Braunschweig que mantiene **status** oficial según la ICUMSA.

DETERMINACIÓN DEL POL EN AZÚCARES BLANCOS—MÉTODO GRAVIMÉTRICO DE LA MASA NORMAL

1 Alcance y esfera de aplicación

El método se aplica a los azúcares blancos con poco color y/o turbiedad (que no necesiten clarificación) y cuya humedad no exceda de 0.1 % m/m. Los que requieran ser clarificados previamente, se les aplica la norma NC 83-2000.

2 Definiciones

Una "solución normal de azúcar" se define como aquella que contiene 26.0160 g de sacarosa pura, pesados al vacío, disueltos en agua pura a 20.00 °C y llevados a un volumen final de 100.000 ml. Esta solución se corresponde con 26.000 g pesados en el aire, disueltos en agua pura a 20.00 °C y llevados a un volumen final de 100.000 ml.

3 Fundamento del método

Se basa en la propiedad que tiene la sacarosa de rotar el plano de la luz polarizada en una magnitud directamente proporcional a su concentración en solución acuosa. En realidad el pol viene dado por la suma algebraica de todas las sustancias ópticamente activas de las cuales las no sacarosa constituyen sólo trazas.

4 Reactivos

4.1 Agua destilada o desionizada

5 Utensilios e instrumentos

5.1 Pesa filtro con tapa esmerilada (tipo alto) de aproximadamente 150 ml, recipiente cónico con tapa esmerilada o recipiente equivalente.

5.2 Jeringuilla hipodérmica o pipeta adecuada

5.3 Termómetro que aprecie 0.1 °C

5.4 Estufa

5.5 Balanza que aprecie 1 mg

5.6 Patrón de cuarzo certificado, a la misma longitud de onda que emite su sacarímetro, que cumpla las normas de la ICUMSA y tan cercano como sea posible a la lectura sacarimétrica de la solución de ensayo, es decir, cercano a 100 °Z.

5.7 Tubo sacarimétrico de 200 mm, conforme con la tolerancia de la ICUMSA para tubos clase A (su longitud debe estar dentro de ± 0.01 % de la estipulada).

5.8 Sacarímetro que aprecie 0.05 °Z

5.9 Agitador magnético

6 Procedimiento

6.1 Preparación de la porción de ensayo

Pese, hasta 0.001 g (5.6), el pesafiltro (5.1) limpio, seco y con una barra de hierro recubierta dentro. Deposite en el pesafiltro 26.000 ± 0.001 g (5.6) de la muestra, añada suficiente agua (4.1) (pesada con igual precisión) hasta que obtenga una masa que sea aproximadamente igual a la masa neta del pesafiltro más 109.660 g , (masa de la solución de sacarosa que ocupa 100.000 ml a 20.00 °C) y anote este valor. Al adicionar el agua cuide de no mojar la zona esmerilada. Tape el pesafiltro y disuelva la muestra con el agitador (5.9).

Notas:

- Para evitar el contacto de las manos con el recipiente, antes de cada pesada, auxílese de una cinta de cartón para manipularlo.
- Si carece de pesafiltro, puede utilizar un matraz tipo Bates y pese la muestra en una cápsula metálica, trasvase cuantitativamente al matraz con aproximadamente 70 ml de agua. Disuelva mediante rotación, añada agua hasta aproximadamente 109.660 g y homogeneice.

6.2 Determinación.

6.2.1 Comprobación de la escala del sacarímetro. Compruebe las lecturas del sacarímetro con patrones de cuarzo certificados y no con soluciones de azúcar.

Compruebe el cero del sacarímetro con la cámara vacía y si es necesario ajústelo.

Para sacarímetros que compensan mediante cuñas de cuarzo, sólo tiene que asegurar el equilibrio térmico entre el patrón de cuarzo, el instrumento y el recinto, lo que se logra colocando el patrón en la cámara y esperando un período de tiempo adecuado (evite las corrientes de aire y/o las fuentes térmicas). Determine el valor del patrón (Q_p) haciendo cuatro lecturas hasta 0.05 °Z (rote el tubo 90° después de cada lectura); promédíelas y aproxime hasta 0.01 °Z. Aunque en este caso Q_p es independiente de la temperatura, ésta debe ser la misma en 6.2.1 y 6.2.3. Denomine Q_{20} al valor certificado de este patrón a 20 °C.

Si va a efectuar la medición con un sacarímetro sin compensación mediante cuñas de cuarzo, proceda como se indica a continuación: fije el termómetro, con una banda elástica, al tubo portador del patrón de cuarzo de manera que el bulbo quede en contacto con él. Después de transcurrido suficiente tiempo para asegurar el equilibrio térmico entre ambos, mida la temperatura (t_p) hasta 0.1 °C y anótela. A continuación determine la lectura del patrón de cuarzo (Q_t) a la temperatura t_p y anótela.

Si utiliza un sacarímetro automático no es necesario hacer cuatro lecturas, basta con tomar la lectura después que ésta se estabilice y, como máximo, dentro del minuto posterior a la colocación del tubo en la cámara.

6.2.2 Lectura de los tubos sacarimétricos. Lave los tubos sacarimétricos meticulosamente, llénelos con agua (4.1) y colóquelos (sin burbujas) en la cámara. Mediante rotación longitudinal (si el tubo no es de copilla o de flujo), inversión (180°) y/o ajuste de los cabezales, trate de obtener una lectura igual a cero, si no lo logra denomine a este valor L_T . Después de definir la posición y el sentido para colocar el tubo, éstos se deben mantener al leer las soluciones de ensayo.

6.2.3 Lectura sacarimétrica (L) de la solución de ensayo. Enjuague el tubo sacarimétrico al menos dos veces con la porción de ensayo (6.1), llénelo y asegure la ausencia de burbujas de aire. Coloque el tubo en el sacarímetro exactamente en la misma posición y sentido que en 6.2.2 y cierre la cámara. Realice la determinación haciendo cuatro lecturas hasta 0.05 °Z, o con mejor precisión, y promedie hasta 0.01 °Z. Determine la temperatura de la solución (t_r) apreciándola hasta 0.1 °C. En un sacarímetro automático tome la lectura después que se estabilice la pantalla y, como máximo, dentro del minuto posterior a la colocación del tubo en la cámara.

7 Expresión de los resultados

7.1 Cálculos. Si la masa de solución fue de 109.660 g, el tubo sacarimétrico cumple con la tolerancia estipulada (incluyendo $L_T = 0$) y realiza la medición a 20 °C, el pol (P) (en sacarímetros compensados mediante cuñas de cuarzo), estará dado por la media aritmética de las cuatro lecturas más la corrección de la escala ($Q_{20} - Q_p$). De lo contrario aplicará la siguiente fórmula:

$$P = L + (Q_{20} - Q_p) + \frac{1}{2}(200 - l_T) + C_t + C_v - L_T$$

donde :

- L es el promedio de las lecturas sacarimétricas, en °Z, obtenidas en 6.2.3
- Q_{20} es el valor, en °Z, del patrón de cuarzo certificado (5.6) a 20 °C
- Q_p es la lectura sacarimétrica, en °Z, del patrón de cuarzo (5.6)
- l_T es la longitud real, en mm, del tubo sacarimétrico (5.7), este valor nunca estará fuera del intervalo de 200 ± 0.40 mm, y no se corrige si la diferencia es ± 0.02 mm
- C_t es el factor de corrección por efecto de la temperatura, en °Z, según tablas 2 ó 3 (de acuerdo con el sacarímetro utilizado), obtenido de la lectura sacarimétrica corregida con los patrones de cuarzo y la temperatura a la que se realizó dicha lectura
- C_v es el factor de corrección, en °Z, según la tabla 1, acorde con la masa neta de solución obtenida al restarle a la masa total determinada en 6.1, la masa del matraz o pesafiltro.
- L_T es la lectura sacarimétrica, en °Z, del tubo lleno de agua

Nota: Cuando utilice un sacarímetro con escala circular, no haga la corrección de la lectura sacarimétrica (L) por la adición de ($Q_{20} - Q_p$), sino multiplique la lectura (L) por el factor (f), el cual viene dado por:

$$f = \frac{Q_{20} [1 + 0.000144 (t_p - 20)]}{Q_p}$$

donde:

- Q_{20} es el valor, en °Z, del patrón de cuarzo certificado a 20 °C (5.6)
- Q_t es la lectura sacarimétrica, en °Z, del patrón de cuarzo (6.2.1) a la temperatura t_p
- t_p es la temperatura, en °C, del patrón de cuarzo (6.2.1)

7.2 Precisión. Aproxime los resultados hasta la centésima. La repetibilidad y reproducibilidad reportadas por la ICUMSA fueron 0.066 y 0.094 °Z, respectivamente.

ANEXO

**Tabla 1—Corrección del pol, en función del volumen real a 20.0 °C, para azúcares blancos
(Calculado por Emmerich)**

M	V	C _v	m	V	C _v
109.461	99.800	- 0.200	109.660	100.000	0.000
109.471	99.810	- 0.190	109.670	100.010	+ 0.010
109.481	99.820	- 0.180	109.680	100.020	+ 0.020
109.491	99.830	- 0.170	109.690	100.030	+ 0.030
109.501	99.840	- 0.160	109.700	100.040	+ 0.040
109.511	99.850	- 0.150	109.710	100.050	+ 0.050
109.521	99.860	- 0.140	109.720	100.060	+ 0.060
109.531	99.870	- 0.130	109.730	100.070	+ 0.070
109.541	99.880	- 0.120	109.740	100.080	+ 0.080
109.551	99.890	- 0.110	109.750	100.090	+ 0.090
109.561	99.900	- 0.100	109.760	100.100	+ 0.100
109.571	99.910	- 0.090	109.770	100.110	+ 0.110
109.581	99.920	- 0.080	109.780	100.120	+ 0.120
109.591	99.930	- 0.070	109.790	100.130	+ 0.130
109.601	99.940	- 0.060	109.800	100.140	+ 0.140
109.610	99.950	- 0.050	109.810	100.150	+ 0.150
109.620	99.960	- 0.040	109.820	100.160	+ 0.160
109.630	99.970	- 0.030	109.830	100.170	+ 0.170
109.640	99.980	- 0.020	109.840	100.180	+ 0.180
109.650	99.990	- 0.010	109.850	100.190	+ 0.190
109.660	100.000	0.000	109.860	100.200	+ 0.200

m es la masa, en g, de la solución

V es el volumen, en ml, de la solución a 20 °C

C_v es la corrección, en °Z, correspondiente

ANEXO

Tabla 2—Corrección de la lectura sacarimétrica, por efecto de la temperatura, para sacarímetros compensados mediante cuñas de cuarzo

t Lc\	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35
98	-0.30	-0.24	-0.18	-0.12	-0.06	0	0.06	0.12	0.18	0.24	0.30	0.36	0.42	0.48	0.54	0.60	0.66	0.72	0.78	0.84	0.90
99	-0.30	-0.24	-0.18	-0.12	-0.06	0	0.06	0.12	0.18	0.24	0.30	0.36	0.42	0.48	0.54	0.60	0.67	0.73	0.79	0.85	0.91
100	-0.31	-0.24	-0.18	-0.12	-0.06	0	0.06	0.12	0.18	0.24	0.31	0.37	0.43	0.49	0.55	0.61	0.67	0.73	0.79	0.86	0.92

Valores calculados mediante la fórmula de Emmerich, reportada en el informe del Tema 5 (Polarimetría) a la 19na Sesión de la ICUMSA (1986):

$$P_{20} = L_C [1 + 0.000467 (t_r - 20) + 0.000144 (t_q - 20)]$$

donde:

P_{20} es el pol, en °Z

L_C es la lectura sacarimétrica, en °Z, corregida con los patrones de cuarzo

t_r es la temperatura, en °C, de la lectura sacarimétrica

t_q es la temperatura, en °C, del recinto que debe estar en equilibrio térmico con el sacarímetro y con el patrón de cuarzo

Nota: Para calcular los valores de esta tabla se asumió que las dos temperaturas son iguales.

ANEXO

Tabla 3—Corrección de la lectura sacarimétrica, por efecto de la temperatura, para sacarímetros sin compensación mediante cuñas de cuarzo

t $L_C \backslash$	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35
98	-0.23	-0.18	-0.14	-0.09	-0.05	0	0.05	0.09	0.14	0.18	0.23	0.27	0.32	0.37	0.41	0.46	0.50	0.55	0.59	0.64	0.69
99	-0.23	-0.18	-0.14	-0.09	-0.05	0	0.05	0.09	0.14	0.18	0.23	0.28	0.32	0.37	0.42	0.46	0.51	0.55	0.60	0.65	0.69
100	-0.23	-0.19	-0.14	-0.09	-0.05	0	0.05	0.09	0.14	0.19	0.23	0.28	0.33	0.37	0.42	0.47	0.51	0.56	0.61	0.65	0.70

Valores calculados mediante la fórmula de Emmerich, reportada en el informe del Tema 5 (Polarimetría), a la 19na Sesión de la ICUMSA (1986):

$$P_{20} = L_C [1 + 0.000467 (t_r - 20)] - 0.004 w_1 (t_r - 20)$$

donde:

P_{20} es el pol, en $^{\circ}Z$

L_C es la lectura sacarimétrica, en $^{\circ}Z$, corregida con los patrones de cuarzo

t_r es la temperatura, en $^{\circ}C$, de la lectura sacarimétrica

w_1 es el contenido, en % m/m, de azúcares reductores

Nota: Para el contenido de azúcares reductores (w_1) se tomó el valor establecido por la Normal Ramal que regula la calidad del azúcar refino.

Bibliografía

- Manual de Métodos Analíticos para el Control Unificado. Azúcar Crudo (1996): ICINAZ-MINAZ, La Habana, Cuba, 89-100
- Métodos de Ensayo. Azúcar (1987): Anteproyecto de Norma Ramal, DNMCC-MINAZ, La Habana, Cuba, 6-13
- Métodos Analíticos. Productos Refinados (1995): ICINAZ, La Habana, Cuba, 5-11
- Proc. 15th Session ICUMSA, 1970, 1-8
- Proc. 16th Session ICUMSA, 1974, 11-13
- Proc. 17th Session ICUMSA, 1978, 11-13
- Proc. 18th Session ICUMSA, 1982, 337-338, 350
- Proc. 19th Session ICUMSA, 1986, 59-62
- Proc. 20th Session ICUMSA, 1990, 49, 190-200
- Proc. 21th Session ICUMSA, 1994
- ICUMSA Methods Book (1994): Method GS2/3-1
- Pérez Sanfiel, F. et al. A new method based on mass relationship por pol determination in white sugar, ICUMSA News, No. 20, Jan 1994.