
NORMA CUBANA

NC

710: 2013

MIEL FINAL — DETERMINACIÓN DE LODOS

Final molasses—Determination of mud

ICS: 67.180.10

2. Edición Mayo 2013
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 El Vedado, La Habana. Cuba.
Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio
Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC 710: 2013

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados 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 elaborada por el Comité Técnico de Normalización CTN 49 de Azúcares integrado por representantes de las siguientes entidades:
 - Grupo Azucarero AZCUBA
 - Instituto Cubano de Derivados de la Caña de Azúcar
 - TECNOAZUCAR
 - Unidad Empresarial de Base UEB Sorbitol.
 - Ministerio de Ciencia, Tecnología y Medio Ambiente
 - Oficina Nacional de Normalización ONN
 - Ministerio del Comercio Exterior y la Inversión Extranjera.
 - CUBACONTROL
 - Ministerio del Comercio Interior
 - Ministerio de la Industria Alimentaria
 - Ministerio de Salud Pública
- Toma en cuenta la experiencia de los especialistas cubanos, adjuntándose el estudio de validación del método propuesto, basado en los resultados obtenidos en los laboratorios cubanos.
- Sustituye a la norma NC 710:2009 *Miel final — Determinación de lodos* ya que en la 1. Edición del 2009 se establecen las gravedades necesarias y se fija el brazo de la centrífuga, mientras que en esta 2. Edición del 2013 se brinda una fórmula que permite calcular las gravedades teniendo en cuenta el brazo y las rpm de la centrífuga.

© NC, 2013

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.

0 Introducción

0.1 Los lodos constituyen uno de los componentes de la miel final que más problemas trae en los procesos fermentativos de este producto, la disminución de rendimientos y por tanto la elevación de los costos en la producción de alcohol, es uno de los problemas más graves que ocasionan los lodos. Por estas razones se hace necesaria la inclusión de este parámetro entre las especificaciones de calidad de la miel final. Esta norma establece el método de ensayo para la determinación del contenido de lodos de la miel final. Este método es oficial para la industria azucarera cubana y está incluido en los Métodos Analíticos para Azúcar Crudo de Noviembre 2006.

MIEL FINAL — DETERMINACIÓN DE LODOS**1 Objeto**

Esta Norma Cubana establece un método para la determinación de lodos el cual es aplicable a la miel final producida en la elaboración de azúcar crudo de caña.

2 Referencias normativas

Los documentos que se mencionan seguidamente son indispensables para la aplicación de esta Norma Cubana. Para las referencias fechadas, sólo se toma en consideración la edición citada. Para las no fechadas, se toma en cuenta la última edición del documento de referencia (incluyendo todas las enmiendas).

- NC-ISO 3696: 2004 Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificación y método de ensayo.
- NC 709 Miel final. Determinación de sólidos areométricos disueltos

3 Fundamento del método

Este método se basa en la precipitación de las materias insolubles contenidas en la miel final por centrifugación a velocidad rotacional y tiempo prefijado.

4 Reactivos

El agua utilizada para los análisis y en la preparación de la muestra es agua para análisis según lo establecido en la NC-ISO 3696: 2004.

5 Utensilios e instrumentos

5.1 Centrífuga que asegure no menos de 2300 gravedades. Para el cálculo de las rpm que aseguren las gravedades antes mencionadas puede emplearse la siguiente fórmula:

Según el cálculo de las fuerzas centrífugas relativas:

$$F_c = 11,18 \times 10^{-6} N^2 r_{cm}$$

donde

F_c	Fuerza centrífuga relativa
N	Velocidad en rpm
r_{cm}	Radio (expresado en cm)

5.2 Tubo de centrifuga de 10 mL con valor de división de 0,1 mL

5.3 Pipeta de bulbo central de 10 mL

5.4 Balanza que aprecie 1 mg

5.5 Balanza que aprecie 0,1 g

6 Procedimiento

6.1 Preparación de la porción de ensayo. Deposite en un *beaker* tarado de capacidad adecuada 400,0 g (5.5) de la muestra y disuelva con alrededor de 300 ml de agua. Adicione agua hasta completar 800,0 g de solución, homogeneice, déjela en reposo durante 10 min y determine la concentración de sólidos solubles según la NC 709.

6.2 Determinación. Tare hasta la milésima (5.4) el tubo de centrifuga (5.2), colocado en un portatubo de poca masa con relación al tubo y deposite en el tubo 10 mL (5.3) de la porción de ensayo.

6.2.1 Pese nuevamente en la balanza analítica (5.4) hasta la milésima.

6.2.2 Coloque el tubo con la porción de ensayo en la centrifuga y se centrifuga (5.1) de forma que alcance no menos de 2300 gravedades durante 10 min y lea en la escala del tubo el volumen precipitado.

7 Expresión de los resultados

7.1 Cálculos. La determinación del contenido de lodos (L), en %, se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\% L = 2 \times (V_p / V_{mf}) \times 100$$

donde

V_p volumen, en mL, del precipitado.

V_{mf} volumen de miel final en 10 mL de la porción de ensayo (diluida 1:1) y se calcula por la fórmula siguiente:

$$V_{mf} = (m_{aire} / \lambda_{aire})$$

donde

m_{aire} masa, en g, de miel final en 10 mL de la porción de ensayo (diluida 1:1)

λ_{aire} densidad de la miel final, en g/mL, se determina según la tabla del Anexo A con el valor de sólidos solubles determinados en 6.1.

7.2 Precisión. Los ensayos se realizarán por duplicado y se calculará la media aritmética aproximada hasta la centésima. Para un intervalo entre 1,17 % y 14,68 % de lodos la repetibilidad del método, considerando muestras reales, es de 0,04 %, para un 95 % de confianza.

Anexo A
(normativo)

Según ICUMSA Methods Book, 1994. Appendix 1

% Brix	Densidad g/mL		% Brix	Densidad g/mL		% Brix	Densidad g/mL
30,0	1,127031		35,0	1,151331		40,0	1,176518
30,1	1,127509		35,1	1,151826		40,1	1,177031
30,2	1,127986		35,2	1,152322		40,2	1,177545
30,3	1,128465		35,3	1,152817		40,3	1,178058
30,4	1,128943		35,4	1,153313		40,4	1,178573
30,5	1,129422		35,5	1,153810		40,5	1,179087
30,6	1,129901		35,6	1,154306		40,6	1,179602
30,7	1,130381		35,7	1,154804		40,7	1,180117
30,8	1,130861		35,8	1,155301		40,8	1,180632
30,9	1,131341		35,9	1,155799		40,9	1,181148
31,0	1,131822		36,0	1,156297		41,0	1,181665
31,1	1,132302		36,1	1,156796		41,1	1,182181
31,2	1,132784		36,2	1,157294		41,2	1,182698
31,3	1,133265		36,3	1,157779		41,3	1,183216
31,4	1,133747		36,4	1,158293		41,4	1,183733
31,5	1,134230		36,5	1,158793		41,5	1,184252
31,6	1,134712		36,6	1,159293		41,6	1,184770
31,7	1,135195		36,7	1,159794		41,7	1,185289
31,8	1,135676		36,8	1,160295		41,8	1,185808
31,9	1,136163		36,9	1,160797		41,9	1,186328
32,0	1,136647		37,0	1,161298		42,0	1,186848
32,1	1,137131		37,1	1,161800		42,1	1,187368
32,2	1,137616		37,2	1,162303		42,2	1,187889
32,3	1,138101		37,3	1,162806		42,3	1,188410
32,4	1,138586		37,4	1,163309		42,4	1,188931
32,5	1,139072		37,5	1,163812		42,5	1,189453
32,6	1,139558		37,6	1,164316		42,6	1,189975
32,7	1,140045		37,7	1,164821		42,7	1,190498
32,8	1,140532		37,8	1,165325		42,8	1,191021
32,9	1,141019		37,9	1,165830		42,9	1,191544
33,0	1,141506		38,0	1,166335		43,0	1,192067
33,1	1,141994		38,1	1,166841		43,1	1,192591
33,2	1,142483		38,2	1,167347		43,2	1,193116
33,3	1,142971		38,3	1,167854		43,3	1,193641
33,4	1,143460		38,4	1,168360		43,4	1,194166
33,5	1,143949		38,5	1,168868		43,5	1,194691
33,6	1,144439		38,6	1,169375		43,6	1,195217
33,7	1,144929		38,7	1,169883		43,7	1,195743
33,8	1,145420		38,8	1,170391		43,8	1,196270
33,9	1,145910		38,9	1,170900		43,9	1,196797

34,0	1,146401		39,0	1,171409		44,0	1,197324
34,1	1,146893		39,1	1,171918		44,1	1,197852
34,2	1,147384		39,2	1,172428		44,2	1,198380
34,3	1,147877		39,3	1,172938		44,3	1,198909
34,4	1,148369		39,4	1,173448		44,4	1,199438
34,5	1,148862		39,5	1,173959		44,5	1,199967
34,6	1,149355		39,6	1,174470		44,6	1,200496
34,7	1,149849		39,7	1,174982		44,7	1,201026
34,8	1,150343		39,8	1,175494		44,8	1,201557
34,9	1,150837		39,9	1,176006		44,9	1,202088

Anexo B
(informativo)

Validación de la técnica de determinación de lodos en miel final

PROTOCOLO DE VALIDACIÓN

La validación de este método incluye los siguientes aspectos cuantitativos y cualitativos:

- Necesidades de los clientes
- Posibilidades analíticas
- Condiciones del laboratorio: ambiente de trabajo y disponibilidad de equipos
- Circunstancias en las que el método va a utilizarse
- Resultado cualitativo o cuantitativo
- Forma química del analito
- Matriz
- Riesgo de interferencia
- Cantidad y condiciones de la muestra
- Intervalo de trabajo en el que el método se va a utilizar
- Verificación de resultados mediante materiales de referencia
- Requisitos económicos
- Documentación de los datos primarios a partir del trabajo experimental
- Documentación de la evaluación de los resultados

Los resultados de la evaluación incluirán:

- Especificidad
- Precisión (repetibilidad)
- Intervalo de concentración o de medición
- Límite de cuantificación
- Robustez
- Conservación del expediente
- Monitoreo circunstancial de la evaluación

VALIDACIÓN DE LA TÉCNICA DE DETERMINACIÓN DE LODOS EN MIEL FINAL

Necesidades de los clientes.- Para los clientes es indispensable conocer la concentración de sustancias insolubles (lodos) en las mieles. Es obligado añadir que a los clientes les interesa sobremanera conocer el contenido de lodos en sus mieles, ya que este material insoluble influye en el insumo de miel en las destilerías

Posibilidades analíticas.- Dado que estas sustancias son insolubles en medio acuoso, su determinación se hace completamente factible mediante la centrifugación. Este es un método que utiliza la propiedad de sedimentación de partículas con base en la masa de las moléculas para la separación de partículas de una solución. A pesar de que en otros países azucareros no está estipulado la determinación lodos en mieles.

Condiciones del laboratorio: ambiente de trabajo y disponibilidad de equipos.- El ambiente de trabajo en el laboratorio es adecuado, ya que cuenta con un lugar de trabajo idóneo, provisto con

una temperatura adecuada. Además, se cuenta como los utensilios necesarios que son comunes en los laboratorios químicos.

Circunstancias en que el método va a utilizarse.- Este método se utilizará siempre que el cliente necesite conocer la calidad de sus mieles. Para efectuar el análisis el cliente ha de enviar una muestra que cumpla con las especificaciones estipuladas por el Leycal.

Resultados cualitativos o cuantitativos.- Este método rinde resultados cuantitativos, lo que está acorde con las necesidades del cliente.

Forma química del analito.- El analito está constituido por una mezcla de materiales coloidales, dispersiones de pequeñas partículas y otros materiales insolubles en agua.

Matriz.- La matriz en un alto porcentaje (> 40 % m/m) está constituida por sacarosa. Las impurezas fundamentales que acompañan a la sacarosa, además de las sustancias insolubles, son: azúcares reductores, polisacáridos, sustancias coloreadas, sustancias iónicas (ceniza), agua, etc.

Riesgo de interferencia.- A causa de la naturaleza del método la única interferencia podría ser la matriz (la sacarosa); que pudieran estar presentes por el paso de los cristales en el proceso de centrifugación en el proceso de producción.

Cantidad y condiciones de la muestra.- La masa de muestra debe alcanzar 1 kg y ha de ser envasada y manipulada de forma tal que no altere su composición respecto a la población a la cual pertenece. El LEYCAL cuenta con un procedimiento que asegura lograr este objetivo, o sea, recibir una muestra representativa.

Intervalo de trabajo dentro del cual el método se va a utilizar.- Las características del método permiten evaluarlo dentro de un intervalo lo suficientemente amplio para que dicho valor (1.00 -15.00 % v/v) caiga aproximadamente en el centro del intervalo.

Verificación de los resultados mediante materiales de referencia.- Los materiales de referencia utilizados son exactamente los mismos presentes en las muestras de mieles. Para ello se recolectaron las sustancias insolubles provenientes de mieles de diferentes regiones del país elaboradas en distintas fechas. Estas sustancias insolubles se homogeneizaron para lograr una muestra uniforme y representativa de las impurezas insolubles presentes en la miel.

La matriz se obtuvo centrifugando soluciones de miel acorde con lo estipulado por el método. Con estas premisas es posible conformar muestras equivalentes a las reales en las cuales se conoce la concentración exacta del analito.

Requisitos económicos.- El método sólo requiere recursos económicos mínimos, ya que el material gastable que utiliza es agua destilada, y los instrumentos y equipos necesarios (centrifuga, etc.) algunos son comunes en los laboratorios químicos, ya que se utilizan para un sinnúmero de análisis.

Documentación de los datos primarios a partir del trabajo experimental. Los datos experimentales que originan los datos primarios necesarios para la evaluación de los resultados son:

m masa de la muestra, en g, pesada hasta 1 mg

Otros datos importantes para la documentación de este método son:

- Clave de la muestra
- El número consecutivo de la muestra

Para evaluar los resultados se utiliza la fórmula:

La determinación del contenido de lodos (L) se expresa en por ciento V/V y se calcula mediante la siguiente fórmula.

$$L = \frac{V_p}{V_{mf}}$$

donde

L Lodos en las muestras de miel final (%)

V_p Volumen del precipitado (ml)

V_{mf} Volumen de miel final en 10 ml de solución y se calcula por la fórmula siguiente:

$$V_{mf} = \frac{m}{2\lambda}$$

donde:

m Masa de miel final en 10 ml. de solución (g)

λ Densidad específica de miel final, se determina según la tabla del Anexo con el valor de sólidos solubles determinados por la NC 709

2 Factor de dilución.

Documentación de la evaluación de los resultados.- Los resultados se documentan tomando como base programas adecuados de computación. Los resultados obtenidos quedan documentados en soporte magnético y en papel.

RESULTADO DE LA VALIDACIÓN Y SU ANÁLISIS

Precisión (repetibilidad).- La repetibilidad del método se determinó mediante el análisis de 52 muestras de miel. Estas muestras cumplían los requisitos exigidos por el LEYCAL para la recepción de este tipo de muestra. El análisis de cada muestra se llevó a cabo por duplicado y teniendo en cuenta las estipulaciones que norman la definición de repetibilidad. Los valores primarios y la elaboración de los mismos se dan en el anexo (Datos experimentales y su elaboración).

Se calculó la incertidumbre expandida (U) y la repetibilidad 95% (R_{95}) del método de determinación de lodos en mieles.

Para facilitar las operaciones se dividieron las muestras en 5 intervalos y se calcularon los valores correspondientes a dichos cinco intervalos. En dos casos las diferencias entre las dos réplicas dio: -1.01 (Fernando de Dios) y -0.14 (Cristino Naranjo) que no se tuvieron en cuenta para los cálculos por considerarse errores groseros.

El cálculo final se presenta en la siguiente tabla:

Intervalo	Intervalo/n	Promedio	Desv. Tip. Rep.	Incertidumbre	Repetibilidad
				95%	95%
1	(1,17-4,88)/10	3,014	0,008183299	0,02	0,02
2	(4,88-7,31)/9	5,4005	0,019240534	0,04	0,05
3	(7,34-7,42)/11	7,38	0,007389741	0,01	0,02
4	(7,43-9,82)/11	8,8927	0,000135126	0,02	0,04
5	(9,84-14,68)/9	11,94	0,016243281	0,03	0,05
			Promedio:	0,02	0,04

Como se puede apreciar en el caso de la determinación de lodos en mieles finales, no se aprecia que un incremento de la concentración incremente los parámetros de incertidumbre y repetibilidad, por lo que se propone se utilice el promedio de los cinco intervalos como los valores normales de incertidumbre y repetibilidad para el método de determinación de lodos en mieles finales que se proponen, el cual es válido en el intervalo entre 1,17 % y 14.68 % de lodos

Especificidad.- La naturaleza del método y la observación del procedimiento analítico conducen a afirmar que el método es totalmente específico para determinar las sustancias insolubles contenidas en las muestras de miel final. Las variaciones en el recobrado son atribuibles a las características intrínsecas del método que incluye el riesgo de pérdidas durante la manipulación de pequeñas cantidades del analito.

Solidez (robustez).- El único factor que podría afectar la robustez del método es las características de la centrifuga

Hay varios tipos de centrifugas con rotores de brazos oscilantes y de ángulo fijo, como se ve en la figura. Es importante que las centrifugas tengan >2360 gravedades y tiene que ser de brazos oscilantes. Así la centrifuga se ajusta por la fórmula.

RCF = Fuerza centrífuga relativa (gravedades)

$$RCF = 0,0000112 * r * N^2$$

donde

r Radio desde el centro de rotación de la centrifuga hasta la base del tubo(cm.)

N Velocidad de rotación (revoluciones por minutos)

CONCLUSIONES

Especificidad.- El método, tal como está establecido, es específico para determinar sustancias insolubles en miel final.

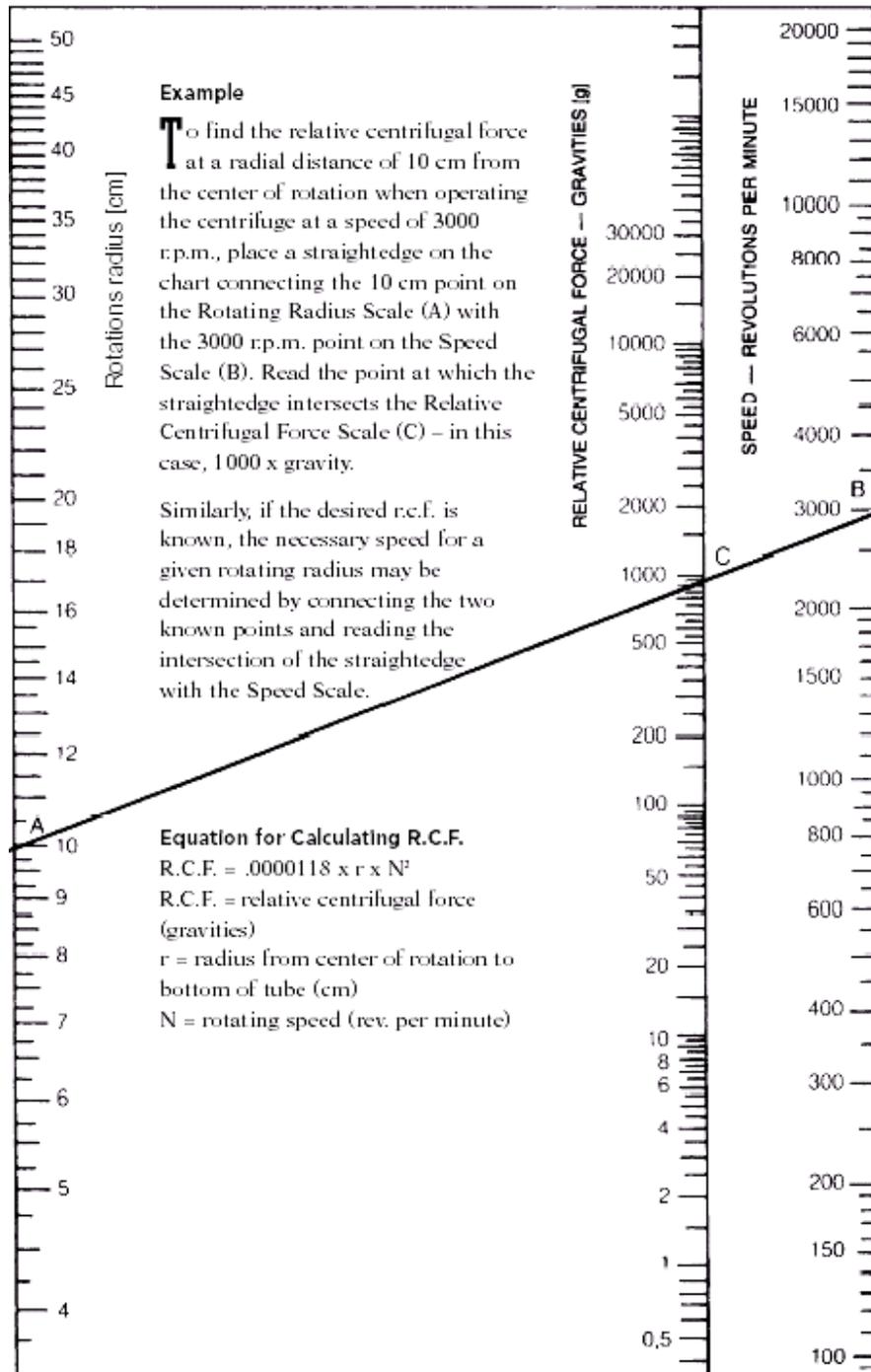
Precisión.- La repetibilidad del método, considerando muestras reales es de 0,04 para un 95 % de confianza.

Conservación del expediente.- El expediente se conservará en los archivos del LEYCAL en soporte magnético y en papel.

Monitoreo circunstancial de la validación.- El monitoreo de la validación de este método se efectuará una vez por año.

Literatura consultada.-

- NMKL Procedure No. 4 (1996). Version No.1. Validation of Chemical Analytical Methods.



Bibliografía

- [1] NC–ISO 3696:2004 “Agua para uso en análisis de Laboratorio. Especificación y método de ensayo”.
- [2] Manual de técnicas analíticas para las pruebas de garantía de las plantas de levadura forrajera ICIDCA.
- [3] LABOR Laboratory Catalogue. Copyright by Informationszentrum fur Labortechnik GmbH, 50672 Koln, Germany. Pg. 752, 12th. Edition.
- [4] Manual de técnicas analíticas para las pruebas de garantía de las plantas de levadura forrajera ICIDCA.
- [5] Métodos Analíticos para Azúcar Crudo. Instituto Cubano de Investigaciones Azucareras (ICINAZ). Ministerio del Azúcar, La Habana, Cuba, 2006, 116-120. C19 Determinación conductimétrica de ceniza en azúcar crudo.