
NORMA CUBANA

NC

79: 2013

**DETERMINACIÓN DE CENIZA EN AZÚCAR CRUDO—
MÉTODO CONDUCTIMÉTRICO**

Determination of ash in raw sugar—Conductimetric method

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 79: 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 NC/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
 - Ministerio del Comercio Exterior y la Inversión Extranjera.
 - CUBACONTROL
 - Ministerio del Comercio Interior.
 - Ministerio de la Industria Alimentaria
 - Ministerio de Salud Pública
- Adopta el método ICUMSA 2011 *Determinación de conductimétrica de ceniza en azúcar crudo GS1/3/4/7/8-13*.
- Sustituye a la primera edición de la NC 79: 2000 *Determinación de ceniza en azúcar crudo – Método conductimétrico*, de la cual difiere en los valores de las constantes empleadas para el cálculo de la ceniza los cuales fueron actualizados.

© 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, El Vedado, La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

0 Introducción

0.1 El contenido de ceniza en azúcar crudo es un parámetro importante. Los crudos con alto contenido de ceniza disminuyen la eficiencia del proceso de refinación. El método conductimétrico, empleado para determinar ceniza, es sencillo, rápido y rinde buenos resultados. Este método es oficial para la industria azucarera cubana y está incluido en los Métodos Analíticos para Azúcar Crudo. Noviembre 2006.

DETERMINACION DE CENIZA EN AZÚCAR CRUDO—METODO CONDUCTIMETRICO**1 Objeto**

Esta Norma Cubana establece el método conductimétrico para la determinación de ceniza en azúcar crudo.

2 Definiciones

La ceniza determinada por conductividad, conocida como ceniza conductimétrica, no puede compararse directamente con la ceniza gravimétrica determinada mediante incineración y pesada de la ceniza. La ceniza conductimétrica tiene un carácter propio. El valor de ceniza medido por este método se corresponde aproximadamente con el valor reportado para la ceniza sulfatada.

3 Fundamento del método

El método se basa en la determinación de la conductividad específica de una solución acuosa de la muestra, en condiciones de concentración y temperatura definidas. El cálculo del contenido de ceniza se realiza a través de un factor convencional.

4 Reactivos

4.1 Agua destilada o desionizada, conductividad no mayor de 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$

4.2 Solución matriz de cloruro de potasio, $c(\text{KCl}) = 0,05 \text{ mol/l}$. Pese ($1,8638 \pm 0,0001$) g de cloruro de potasio, después de haberlo calentado hasta 500 °C (rojo mate), trasváselo cuantitativamente a un matraz de 500 ml (5.1), disuélvalo, enrase y homogeneice. Conserve esta solución en refrigeración.

4.3 Solución de referencia de cloruro de potasio, $c(\text{KCl}) = 0,0025 \text{ mol/l}$. Trasvase 50,0 ml (5.2) de la solución de cloruro de potasio (4.2) a un matraz de 1 000 ml (5.1), enrase y homogeneice. Esta solución tiene una conductividad específica neta igual a 328 $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 20 °C (después de restarle la conductividad específica del agua). Conserve esta solución en refrigeración.

5 Utensilios e instrumentos

5.1 Matraces aforados de 500 ml y 1 000 ml

5.2 Pipeta de descarga total de 50 ml

5.3 Vaso de precipitado no menor de 150 ml

5.4 Termómetro que permita realizar mediciones entre 10 °C y 30 °C

5.5 Conductímetro que aprecie 0,05 μS

5.6 Balanza que aprecie 0,1 mg

5.7 Balanza que aprecie 0,01 g

6 Procedimiento

6.1 Determinación de la conductividad del agua a $20,0 \pm 0,2$ °C. Para medir la conductividad del agua (4.1), que se utilizará para preparar todas las soluciones, lave bien la celda con esta agua y enfríe una porción hasta aprox. 15 °C; deposítela en un pequeño vaso de precipitado limpio y seco, sumerja la celda y cuando la temperatura alcance 20 °C lea la conductividad (C_A).

6.2 Determinación de la conductividad de la solución de referencia. Enfríe la solución de cloruro de potasio (4.3) aproximadamente hasta 15 °C. Enjuague la celda con esta solución y lea su conductividad (C_E) cuando haya alcanzado $(20,0 \pm 0,2)$ °C.

6.3 Preparación de la solución de ensayo. En el vaso de precipitado (5.3), limpio y seco, pese 4,91 g de azúcar. Adiciónese agua (4.1) hasta 100,00 g y disuelva la muestra por completo). La concentración de esta solución es de 5,00 g/100 ml.

6.4 Determinación de la conductividad de la solución de ensayo. Enfríe la solución 6.3 hasta aprox. 15 °C y enjuague la celda con esta solución. Introduzca la celda en la solución de ensayo y cuando la temperatura alcance $20,0 \pm 0,2$ °C, lea la conductividad (C_S) y anótela. Cuando realice la medición a otra temperatura, dentro del intervalo 15-25 °C, haga la corrección apropiada (vea 7.1.4).

7 Expresión de los resultados

7.1 Cálculos. Para determinar la conductividad específica de la solución de ensayo es necesario convertir todos los valores de conductividad a conductividad específica, multiplicando por la constante de la celda.

7.1.1 Cálculo de la constante de la celda. La constante de la celda (K), en cm^{-1} , viene dada por la relación:

$$K = C_R / C_E$$

donde

C_R es el valor convencional, en $\mu\text{S}/\text{cm}$, de la conductividad de la solución de referencia (4.3) a 20 °C

C_E es la conductividad experimental neta, en μS , de la solución de referencia (4.3) a 20 °C (después de restarle la conductividad del agua)

NOTA No es necesario comprobar la constante de la celda cada vez que se realice una determinación.

7.1.2 Cálculo de la conductividad específica neta (C'_S), en $\mu\text{S}/\text{cm}$, de la solución de ensayo a 20 °C. Determine este parámetro acorde con la fórmula:

$$C'_S = (C_S - C_A)K$$

7.1.3 Cálculo de la ceniza. Calcule la ceniza (C_C), en % m/m, utilizando la fórmula:

$$C_C = (1,8 \times 10^{-3})C'_S$$

donde

C_s' es la conductividad específica neta, en $\mu\text{S}/\text{cm}$, de la solución de ensayo

7.1.4 Corrección de la conductividad de la solución de ensayo (6.4) y de la solución de referencia (6.2) por efecto de la temperatura. Si no realizó la determinación a $20\text{ }^\circ\text{C}$, pero dentro del intervalo $(20 \pm 5)\text{ }^\circ\text{C}$, el valor de la conductividad (C_s o C_R) viene dada por:

Solución de ensayo

$$C_{S\ 20\text{ }^\circ\text{C}} = C_t / [1 + 0,023(t - 20)]$$

donde

C_t es la conductividad, en μS , a la temperatura t

Solución de referencia

$$C_{R\ t\text{ }^\circ\text{C}} = 328 [1 + 0,021(t - 20)]$$

donde

t es la temperatura de medición, en $^\circ\text{C}$

NOTA Cuando utilice un conductímetro con compensación de temperatura, no es necesario hacer estas correcciones por cálculo. Para esto ajuste los indicadores del equipo a la temperatura de la solución y el coeficiente de selección de la pendiente a $2,3\text{ } \%$ por $^\circ\text{C}$ para la solución de ensayo y $2,1\text{ } \%$ por $^\circ\text{C}$ para la solución patrón de cloruro de potasio.

7.2 Precisión. Para azúcares crudos con contenido de ceniza promedio de $0,4\text{ } \%$, la diferencia absoluta entre dos resultados obtenidos en condiciones de repetibilidad no deberá superar al $0,03\text{ } \%$ m/m del contenido de ceniza. La diferencia absoluta entre dos resultados de la misma muestra de azúcar crudo obtenida en condiciones de reproducibilidad no deberá ser mayor que $0,08\text{ } \%$ m/m. El resultado se reporta hasta la centésima.

Bibliografía

- [1] Estudio realizado a diferentes calidades de aguas destiladas para la determinación de ceniza en azúcar crudo. Rodríguez Mambuca, R.J. y col. Dirección de Calidad. ICIDCA. La Habana Cuba. 2012..
- [2] Libro de Métodos ICUMSA (2011): GS1/3/4/7/8-13. Determinación de ceniza conductimétrica en azúcar crudo, azúcar moreno, jugo, sirope y miel final-Oficial.
- [3] 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.