
NORMA CUBANA

NC

83: 2013

**DETERMINACIÓN DE POL EN AZÚCAR — MÉTODO
POLARIMÉTRICO**

Determination of pol in sugar — Polarimetric 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 83: 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 la polarización del azúcar crudo mediante polarimetría GS1/2/3/9-1*, actualizado con respecto al método ICUMSA empleado como referencia en la 1. Edición de la NC 83: 2000 *Determinación de Pol en azúcar — Método polarimétrico*, la cual queda sustituida por esta 2. Edición de 2013.

© 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 Este método permite determinar el Pol de forma directa. Este método es oficial para la industria azucarera cubana y está incluido en los Métodos Analíticos para Azúcar Crudo de Noviembre 2006.

DETERMINACIÓN DE POL EN AZÚCAR — MÉTODO POLARIMETRICO

1 Objeto

Esta Norma Cubana establece el método polarimétrico para la determinación de pol en azúcar y es aplicable a los azúcares que requieren ser clarificados previamente a la determinación del pol.

2 Términos y definiciones

Para los fines de esta norma se emplea el siguiente término con su definición:

solución normal de azúcar

solución 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. Este es el punto 100 °Z de la escala sacarimétrica que se corresponde con $34,626^{\circ} \pm 0,001^{\circ}$ angulares en la escala circular para la luz del sodio 589,4400 en el vacío.

3 Fundamento del método

El método objeto de esta norma 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 dicha magnitud viene dada por la suma algebraica de todas las sustancias ópticamente activas contenidas en la solución clarificada, por lo tanto, en mayor o menor grado, siempre se determina la sacarosa aparente.

4 Reactivos

Advertencia: SE ADVIERTE A LOS USUARIOS DE ESTE MÉTODO QUE EL ACETATO BASICO DE PLOMO (II) ES MUY PELIGROSO POR SER EL PLOMO UN ELEMENTO TOXICO ACUMULATIVO.

4.1 Agua destilada o desionizada

4.2 Solución de acetato básico de plomo (II), $\rho_{20} = 1,24 \pm 0,01$ g/ml. Pese 560 g de acetato básico de plomo (II) (ABP), agréguele un litro de agua (4.1) y mezcle bien. Hierva alrededor de 30 min, deje enfriar y sedimentar hasta que la solución esté transparente. Decante el líquido sobrenadante, enfríelo hasta aprox. 15 °C y determine su densidad a 20 °C. Diluya hasta $\rho_{20} = (1,24 \pm 0,01)$ g/ml ($52 \pm 1,5$ °Bx areométrico) con agua (4.1) recientemente hervida. Mantenga la solución en un recipiente apropiado, protegido por una trampa con "ascarita" para evitar la absorción de dióxido de carbono.

4.3 Alcohol amílico o éter dietílico

4.4 Solución de hexacianoferrato (II) de potasio, aprox. 5,0 g/100 ml. Pese 10,0 g de hexacianoferrato (II) de potasio (ferracianuro de potasio) trihidratado, trasváselo a un matraz de 200 ml, disuélvalo con agua (3.1), enrase y homogeneíce.

5 Utensilios e instrumentos

5.1 Cápsula de pesada de forma y material apropiados

5.2 Embudo para sólidos, aprox. 10 cm de diámetro

5.3 Papel de filtro azucarero (Whatman 91 o equivalente)

5.4 Matraz aforado de (100,00 ± 0,02) ml, tipo Bates

5.5 Bureta (que aprecie 0,1 ml) con protección de la solución de ABP contra el dióxido de carbono (o un sistema equivalente)

5.6 Termómetro que aprecie 0,1 °C

5.7 Patrón de cuarzo certificado en °Z, a la misma longitud de onda que utiliza su sacarímetro.

5.8 Tubos sacarimétricos 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).

5.9 Polarímetro con escala en °S o en °Z.

5.10 Balanza que aprecie 1 mg.

6. Procedimiento

6.1 Preparación de la porción de ensayo

Pese en la cápsula (5.1), con la mayor rapidez posible, (26,000 ± 0,002) g de la muestra, trasváselas cuantitativamente al matraz (5.4), por arrastre con aprox. 60 ml de agua (4.1) y disuélvala por completo mediante agitación manual o mecánica. Añádale, con la bureta, solución de ABP (4.2) de acuerdo al pol esperado (por debajo de 99,3 °Z, use (1,00 ± 0,1) ml y por encima de 99,3 °Z utilice (0,5 ± 0,1) ml. Mezcle la solución rotando con suavidad y simultáneamente vaya añadiendo agua por la pared del matraz hasta llenar el bulbo. Deje reposar no menos de 10 min y añada agua hasta 1 mm por debajo del aforo. Si quedaran burbujas de aire en el menisco, añada 2 ó 3 gotas de alcohol amílico o éter dietílico (4.4).

Seque, con un cilindro de papel de filtro, el interior del cuello del matraz (casi hasta el aforo) sin tocar la solución y con el matraz sostenido verticalmente por la parte superior del cuello, y el aforo al nivel de los ojos, enrase cuidadosamente. Si es necesario seque de nuevo el cuello del matraz, tápelo, agite con vigor e introduzca el termómetro (5.6), (limpio y seco), para medir la temperatura de enrase (t_m) hasta 0,1 °C y anótela. Deje reposar la solución no menos de 5 min, filtre a través de papel (5.3) (cubra el embudo con un vidrio reloj), deseche los primeros 10 ml y filtre solamente el volumen suficiente para realizar la lectura (50 - 60 ml).

NOTA Si la solución filtra con suma lentitud y/u obtiene el filtrado turbio, repita el procedimiento, y después de añadir solución de ABP (4.2) y homogeneizar, adicione 1,0 ml de la solución de hexacianoferrato (II) de potasio (4.4) homogeneice mediante rotación suave, enrase, agite con vigor y filtre como ya se indicó. Este aditivo no ha sido aceptado por la ICUMSA, por lo tanto, sólo se recomienda para el control del proceso fabril.

6.2 Determinación

6.2.1 Comprobación de la escala del sacarímetro. Compruebe las lecturas del sacarímetro con patrones de cuarzo certificados [valor nominal entre (95 y 101) °Z] y no por medio de soluciones de sacarosa.

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 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); promedie 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: introduzca el termómetro (limpio y seco) hasta casi tocar la placa de cuarzo. Después de transcurrido suficiente tiempo para asegurar el equilibrio térmico, 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.

En 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 haber colocado el 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 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 del tubo, éstos se deben mantener al medir 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 mayor precisión, y promedie hasta 0,01 °Z. En un sacarímetro sin compensación mediante cuñas de cuarzo tome la lectura después que se estabilice la pantalla y, como máximo, dentro del minuto posterior a haber colocado el tubo en la cámara. Determine la temperatura de la solución (t_r), apreciándola hasta 0.1 °C, inmediatamente después de hacer la lectura.

7 Expresión de los resultados

7.1 Cálculos. Si cumple con las tolerancias definidas para el matraz y el tubo sacarimétrico (incluyendo $L_T = 0$), así como la realización del enrase y la medición a 20 °C, la polarización (P), en sacarímetros compensados mediante cuñas de cuarzo, estará dada 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:

$$P = L + (Q_{20} - Q_p) + (V - 100) + \frac{1}{2} (200 - I_T) + C_t - L_T$$

donde

- L es el promedio de las lecturas sacarimétricas, en °Z, de la solución 6.2.3
 Q₂₀ es el valor, en °Z, del patrón de cuarzo certificado (5.7) a 20 °C
 Q_p es la lectura sacarimétrica, en °Z, del patrón de cuarzo (5.7)
 L_T es la lectura sacarimétrica, en °Z, del tubo lleno de agua (5.8)
 V es el volumen real, en ml, del matraz (5.4). Este valor nunca estará fuera del intervalo de 100,00 ± 0,10 ml y no se corrige si la diferencia no es mayor que 0,02 ml respecto al valor nominal.
 l_T es la longitud real, en mm, del tubo sacarimétrico (5.8), este valor nunca estará fuera del intervalo de 200 ± 0,40 mm, y se corrige si la diferencia es mayor que 0,02 mm.
 C_t es el factor de corrección por efecto de la temperatura, en °Z, según Tabla 1, obtenido de la lectura sacarimétrica corregida con los patrones de cuarzo y según el promedio de las temperaturas t_m y t_r. Debe utilizarse el termómetro hasta 0,1 °C ya que en la tabla se presenta de grado en grado y debe interpolarse acorde con la temperatura real.

Cuando utilice un sacarímetro sin compensación mediante cuña de cuarzo, no haga la corrección de la lectura sacarimétrica L por la adición de (Q₂₀ - Q_p) sino aplique la siguiente fórmula:

$$P = \frac{LQ_{20} [1 + 0.00014(t_p - 20)]}{Q_t} + (V - 100) + \frac{1}{2}(200 - l_T) + C_t - L_T$$

donde

- Q_t es la lectura sacarimétrica, en °Z, del patrón de cuarzo (5.7) a la temperatura t_p.
 t_p es la temperatura, en °C, del patrón de cuarzo (5.7).
 C_t es el factor de corrección por efecto de la temperatura, en °Z, según Tabla 2, obtenido de la lectura sacarimétrica corregida con los patrones de cuarzo y según el promedio de las temperaturas t_m y t_r.

NOTA Las fórmulas anteriores sólo son aplicables cuando se cumple con las tolerancias de los tubos de polarizar y matraces aforados, los cuales originan correcciones muy pequeñas.

7.2 Precisión. La diferencia absoluta entre dos resultados obtenidos en condiciones de repetibilidad no deberá ser mayor que 0,10 °Z. La diferencia absoluta entre dos resultados de la misma muestra de azúcar crudo obtenido en condiciones de reproducibilidad no deberá ser mayor que 0,24 °Z. Reporte los resultados hasta la centésima.

Tabla 1 — Corrección, por efecto de la temperatura, para sacarímetros compensados mediante cuñas de cuarzo

t	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	
L _c \																						
96	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	
	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	
	2	0	7	5	2	0	2	4	7	9	1	3	5	6	8	0	2	3	5	6	8	
97	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.3	0.3
	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.3	0.3
	4	1	8	5	3	0	3	5	8	0	2	5	7	9	1	3	5	7	9	1	3	
98	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.3	0.3	0.3	0.3	0.4
	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.4
	6	3	0	6	3	0	3	6	9	2	5	8	1	3	6	8	1	3	6	8	1	
99	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.3	0.3	0.3	0.3	0.4
	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.4	0.4
	7	3	0	7	3	0	3	6	0	3	6	8	1	4	7	0	2	5	7	0	2	

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

$$P_{20} = L_c \{ 1 - 0,00027 (t_m - 20) - 0,000003 (t_m - 20)^2 + 0,000467 (t_r - 20) - 0,000144 (t_q - 20) \} 0,004 w_i (t_r - 20)$$

donde

P₂₀ es la polarización en °Z

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

t_m es la temperatura, en °C, de enrase

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

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

NOTA Para calcular los valores de esta Tabla se asumió que las dos temperaturas son iguales, además se tomó como w_i un valor de los reductores que se corresponde con la pol.

Tabla 2 — Corrección, por efecto de la temperatura, para sacarímetros sin compensación mediante cuñas de cuarzo

t	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	
L _c																						
96	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	5	4	3	2	1	0	1	2	2	3	4	4	5	5	6	6	6	7	7	7	7	7
97	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	7	5	4	3	1	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	9	0	0	1	1	1	2
98	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	9	7	5	4	2	0	2	3	5	6	8	9	1	2	3	4	5	7	8	8	8	9
99	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2
	0	8	6	4	2	0	2	4	5	7	8	0	1	3	4	5	7	8	9	0	1	1

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

$$P_{20} = L_c \{ 1 - 0,00027 (t_m - 20) - 0,000003 (t_m - 20)^2 + 0,000467 (t_r - 20) \} - 0,004 w_i (t_r - 20)$$

donde

- P₂₀ es la polarización en °Z
- L_c es la lectura sacarimétrica, en °Z, corregida con los patrones de cuarzo
- t_m es la temperatura, en °C, de enrase
- t_r es la temperatura, en °C, de la lectura sacarimétrica
- w_i es el contenido, en % m/m, de azúcares reductores

NOTA Para calcular los valores de esta tabla se asumió que las dos temperaturas son iguales, además se tomó como w_i un valor de los reductores que se corresponde con la pol.

Bibliografía

- [1] Azúcar Crudo, Métodos de Ensayo (1982): DNMCC-MINAZ, La Habana, Cuba, 2-6
- [2] ICUMSA Libro de Métodos (2011) Determinación de la polarización del azúcar mediante polarimetría. GS1/2/3/9-1 (2011)
- [3] Métodos Analíticos para Azúcar Crudo. Instituto Cubano de Investigaciones Azucareras (ICINAZ). Ministerio del Azúcar, La Habana, Cuba, 2006, 72-78. C10 Método de la masa normal, utilizando solución de ABP, para la determinación del Pol en productos azucareros.
- [4] *Proc. 19th Session ICUMSA, 1986, 62*
- [5] *Referee's Report 21st Session ICUMSA, 1994, GS1, S4*