

Azúcar blanco - Métodos de análisis - Parte 9: Determinación de materias insolubles en agua

Preámbulo

El Instituto Nacional de Normalización, INN, es el organismo que tiene a su cargo el estudio y preparación de las normas técnicas a nivel nacional. Es miembro de la INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO) y de la COMISION PANAMERICANA DE NORMAS TECNICAS (COPANT), representando a Chile ante esos organismos.

La norma NCh1243/9 ha sido preparada por la División de Normas del Instituto Nacional de Normalización, y en su estudio participaron los organismos y las personas naturales siguientes:

Coca Cola de Chile S.A.
CORPORA Tres Montes

Dirección Nacional de Aduanas

Embotelladora Andina S.A.
Hipermercado JUMBO, Kennedy
Industria Azucarera Nacional S.A.

Industrias Ambrosoli S.A.
Instituto de Salud Pública, ISP
Instituto Nacional de Normalización, INN
Ministerio de Agricultura, ODEPA
Ministerio de Salud Pública
NABISCO Royal Chile

Oscar Valenzuela
Marianela Bernal
Jeannette González
Jorge González
Luisa Harding
Verónica Santoro
René Valdés
Marcela Riveiro
Ricardo Cereceda
Orietta Rodríguez
Luis Borie
Emilia Raymond
Ramona Villalón
Rebeca Iglesias
Luisa Kipreos
Ema Arrieta

NCh1243/9

Servicio Nacional del Consumidor, SERNAC
Universidad de Chile, IDIEF

Miguel Valenzuela
Lucía Fuenzalida

Esta norma se estudió para actualizar el método de ensayo para la determinación de materias insolubles en agua en el azúcar blanco.

Esta norma es equivalente a la norma ICUMSA *"Method GS 2/3-19 (1994): The determination of insoluble matter in white sugar by membrane filtration - Tentative"*, con desviaciones menores en aspectos de forma.

Esta norma ha sido aprobada por el Consejo del Instituto Nacional de Normalización, en sesión efectuada el 24 de Julio de 1996.

Esta norma ha sido declarada Norma Chilena Oficial de la República por Resolución N° 491, de fecha 02 de Octubre de 1996, del Ministerio de Economía, Fomento y Reconstrucción, publicada en el Diario Oficial N° 35.587 del 10 de Octubre de 1996.

Azúcar blanco - Métodos de análisis - Parte 9: Determinación de materias insolubles en agua

1 Alcance y campo de aplicación

1.1 Esta norma establece el método para la determinación de las materias insolubles en agua en el azúcar blanco.

1.2 Para aquellos azúcares difíciles de filtrar, se describe un procedimiento modificado.

2 Principio

El azúcar que se va a analizar es disuelto en agua caliente y filtrado a través de una membrana con un tamaño de poro de 8,0 μm . La membrana y las materias insolubles retenidas son lavadas completamente, secadas y pesadas.

El contenido de materias insolubles es calculado desde el incremento en masa del filtro de membrana.

3 Reactivos

Advertencias y precauciones de seguridad

Los usuarios de este método deberían consultar la legislación de salud y seguridad antes de preparar y usar el reactivo aerosol de cromatografía.

3.1 Reactivo aerosol de cromatografía - solución 1-naftol/ácido fosfórico

Disolver 1,0 g de 1-naftol en 100 ml de etanol y agregar 10 ml de ácido ortofosfórico ($\rho \approx 1,69 \text{ g/ml}$).

NOTA 1) El etanol usado puede ser espíritu industrial metilado conteniendo 98 % - 99 % m/m de alcoholes totales.

4 Aparatos

4.1 Filtros de membrana, de aproximadamente 50 mm de diámetro, tamaño de poro 8,0 µm.

NOTA 2) El tamaño del poro es determinado por el ensayo de "*punto de burbuja*" (Millipore Laboratory Catalogue, 1991, Millipore Intertech, Bedford, Mass, 9).

4.2 Pre-filtros de fibra de vidrio, con un ligante acrílico, sólo para el procedimiento modificado.

4.3 Aparato de filtración, formado por un portafiltros, unido a un frasco cónico de filtración, de 4 L de capacidad y conectado a un sistema de vacío.

NOTA 3) No se debe secar el portafiltros con un paño u otro material, ya que son una fuente seria de contaminación. Es importante que todo el portafiltros sea enjuagado sólo con agua destilada inmediatamente antes de usar.

4.4 Recipiente de acero inoxidable, de 2 L de capacidad, con una varilla de agitación de acero inoxidable.

4.5 Pinzas

4.6 Placas Petri, de plástico.

4.7 Horno de secado, regulado entre 60°C y 65°C.

4.8 Tamiz de malla cuadrada, de 20 cm de diámetro, abertura de malla aproximadamente 0,4 mm. Colocar el tamiz en un recipiente, que esté a nivel, conteniendo agua destilada caliente, en forma tal que el agua quede justo en contacto con la malla del tamiz. Cubrir el tamiz con una tapa.

NOTA 4) Es importante que la malla del tamiz quede a nivel, sin burbujas de aire entre el agua y la malla.

4.9 Balanza analítica, sensible al 0,1 mg.

4.10 Balanza, de 5 kg de capacidad y sensible a 1 g.

5 Procedimiento

Emplear procedimientos diferentes, 5.1 y 5.2, según si el azúcar filtra bien o con dificultad.

5.1 Preparación del filtro de membrana, para azúcar blanco con una buena velocidad de filtración

Lavar las membranas (4.1) por inmersión en agua destilada hirviendo durante 6 min; drenar el exceso de agua de las membranas y transferir individualmente a placas Petri secas (4.6), usando pinzas (4.5).

Secar las membranas en sus placas, con la tapa removida, durante 1 h en el horno de secado regulado entre 60°C y 65°C. Después del secado, tapar las placas y enfriar durante 30 min en un desecador. Registrar la masa de las membranas frías aproximando al 0,1 mg.

5.2 Preparación del filtro de membrana y del pre-filtro, para azúcar blanco difícil de filtrar

Lavar las membranas por inmersión en agua destilada hirviendo durante 6 min. Colocar una membrana lavada en el portafiltros y un pre-filtro sobre la membrana. Verter 1 500 ml de agua destilada caliente, regulada a 95°C, a través del filtro para remover desde el pre-filtro, el material soluble en agua. Remover la membrana y el pre-filtro desde el portafiltro y colocarlos en una placa Petri. Secar la membrana y el pre-filtro en su placa, con la tapa removida, durante 1,5 h a 60°C - 65°C. Después del secado, tapar la placa y enfriar en un desecador durante 30 min. Pesar la membrana y el pre-filtro aproximando al 0,1 mg.

5.3 Preparación de la solución de la muestra

Para azúcares con un contenido esperado de materias insolubles de 20 mg/kg o menos, pesar 1 000 g \pm 1 g de la muestra directamente en el recipiente de acero inoxidable (4.4). Para azúcares con un contenido esperado de materias insolubles mayor de 20 mg/kg, reducir la masa de la muestra a 500 g \pm 1 g.

Agregar al recipiente suficiente agua destilada caliente, regulada a 95°C, para dar un volumen final de aproximadamente 1 800 ml. Agitar la mezcla con la varilla de acero inoxidable y calentar a aproximadamente 95°C; continuar agitando hasta que el azúcar esté disuelto.

5.4 Filtración de la solución de azúcar

Humedecer un filtro de membrana, previamente pesado, mediante flotación sobre agua destilada en la placa Petri. Colocar el filtro húmedo en el portafiltros (4.3), y pasar la solución caliente a través del filtro de membrana, al vacío. Con agua destilada caliente, enjuagar cuidadosamente el recipiente y la varilla de agitación, y verter el agua de enjuague sobre la membrana. Lavar las materias insolubles retenidas y la membrana en el portafiltros, usando un volumen total de agua destilada caliente de aproximadamente 1000 ml.

NOTA 5) Una vez terminada la filtración, cortar el vacío inmediatamente para así evitar que pase aire a través de la membrana después del lavado, ya que puede haber en la atmósfera una cantidad significativa de materia particulada.

NCh1243/9

En el caso de azúcares blancos difíciles de filtrar, humedecer la membrana y el pre-filtro con agua destilada y colocar nuevamente en el portafiltros, asegurando que el pre-filtro no esté sujeto por el portafiltros. Después de filtrar la solución caliente, usar 1 500 ml de agua de lavado en lugar de los 1 000 ml establecidos anteriormente.

5.5 Lavado final del filtro de membrana

Remover cuidadosamente la membrana, o la membrana con su pre-filtro, desde el portafiltros y colocar sobre la malla mojada del tamiz [ver 4.8 y nota 4)], durante 1 h.

5.6 Secado y pesado de la membrana

Después del lavado final, regresar la membrana, o la membrana y su pre-filtro, a su placa Petri original. Secar la placa con la tapa removida en el horno, durante 1 h a 60°C - 65°C. Colocar la tapa y enfriar la placa durante 30 min en un desecador. Pesar nuevamente la membrana aproximando a 0,1 mg. Para los azúcares difíciles de filtrar, secar la membrana y su pre-filtro durante 1,5 h.

La efectividad del lavado final es esencial para la exactitud del ensayo. Esto se puede verificar, mediante aspersion ocasional de membranas, después de su uso, con el reactivo aerosol de cromatografía, 1-naftol/ácido fosfórico (3.1), y calentamiento a 105°C. La membrana debería estar completamente libre de cualquier traza de color violeta.

6 Expresión de los resultados

6.1 Cálculos

El contenido de materias insolubles del azúcar, expresado en miligramos de materias insolubles por kilogramo de muestra, está dado por la siguiente fórmula:

$$\text{materias insolubles (mg/kg)} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \cdot 10^6$$

en que:

m_1 = masa en gramos del filtro de membrana (5.1) o bien, masa de la membrana + pre-filtro (5.2);

m_2 = masa en gramos del filtro + las materias insolubles o bien, masa del filtro + pre-filtro + materias insolubles (5.6);

m_0 = masa en gramos de la muestra tomada para el análisis (5.3).

6.2 Expresar el resultado aproximando al más cercano mg/kg.

NORMA CHILENA OFICIAL

NCh 1243/9.Of96

INSTITUTO NACIONAL DE NORMALIZACION • INN-CHILE

Azúcar blanco - Métodos de análisis - Parte 9: Determinación de materias insolubles en agua

White sugar - Analysis methods - Part 9: Determination of water insoluble matter

Primera edición : 1996

Reimpresión : 1999

Descriptores: *azúcar, análisis químico, determinación de materias insolubles*

CIN 67.180.10

COPYRIGHT © 1996 : INSTITUTO NACIONAL DE NORMALIZACION - INN

* Prohibida reproducción y venta *

Dirección : Matías Cousiño N° 64, 6° Piso, Santiago, Chile

Casilla : 995 Santiago 1 - Chile

Teléfonos : + (56 2) 441 0330 • Centro de Documentación y Venta de Normas (5° Piso) : + (56 2) 441 0425

Telefax : + (56 2) 441 0427 • Centro de Documentación y Venta de Normas (5° Piso) : + (56 2) 441 0429

Internet : inn@entelchile.net

Miembro de : ISO (International Organization for Standardization) • COPANT (Comisión Panamericana de Normas Técnicas)