

Azúcar blanco - Métodos de análisis - Parte 4: Método Braunschweig para la determinación de la polarización por polarimetría

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 NCh1243/4 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.

Industria de Alimentos DOS EN UNO Ltda.

Industria Ambrosoli S.A.
Instituto de Salud Pública, ISP
Instituto Nacional de Normalización, INN
Ministerio de Agricultura, ODEPA
Ministerio de Salud Pública

Oscar Valenzuela
Marianela Bernal
Mario Arancibia
Luisa Harding
Verónica Santoro
Jorge González
Marcela Riveiro
Ricardo Cereceda
Orietta Rodríguez
Alejandro Gebauer
Rosa Rebeco
Luis Borie
Emilia Raymond
Ramona Villalón
Rebeca Iglesias
Luisa Kipreos

NCh1243/4

NABISCO Royal Chile
Servicio Nacional del Consumidor, SERNAC
Universidad de Chile, IDIEF

Ema Arrieta
Miguel Valenzuela
Lucía Fuenzalida

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

Esta norma es equivalente a la norma ICUMSA "*Method GS2/3-1 (1994), The Braunschweig method for the polarisation of white sugar by polarimetry - Official*", con desviaciones menores en aspectos de forma.

Esta norma ha sido aprobada por el Consejo del Instituto Nacional de Normalización, en sesión efectuada el 29 de Octubre de 1996.

Esta norma ha sido declarada Norma Chilena Oficial de la República por Resolución N° 655, de fecha 31 de Diciembre de 1996, del Ministerio de Economía, Fomento y Reconstrucción, publicada en el Diario Oficial N° 35.669, del 18 de Enero de 1997.

Azúcar blanco - Métodos de análisis - Parte 4: Método Braunschweig para la determinación de la polarización por polarimetría

1 Alcance y campo de aplicación

1.1 Esta norma establece el método Braunschweig para la determinación de la polarización del azúcar blanco por polarimetría. Este método mide la rotación óptica de soluciones de azúcares blancos, comparada con la rotación óptica de una solución estándar de sacarosa pura (2.1).

1.2 El método es aplicable a azúcares blancos de bajo color y turbidez, con una humedad no mayor de 0,1% y que no necesitan clarificación.

1.3 Los azúcares blancos cuyas polarizaciones no puedan ser medidas sin clarificación, deben ser medidas de acuerdo al método indicado en NCh2373/1 para azúcar crudo.

2 Definiciones

2.1 **solución estándar de sacarosa pura** : se define como la solución obtenida al pesar en vacío 26,0160 g de sacarosa pura, disuelta en agua destilada, regulada a 20,00°C, hasta un volumen final de 100,000 ml. Esto corresponde a 26,000 g pesados en aire y disueltos en agua destilada, regulada a 20,00°C, hasta un volumen final de 100,000 ml.

2.2 **base del punto 100°Z de la Escala Internacional de Azúcar**: es la rotación óptica de la solución estándar de sacarosa pura (2.1), a la longitud de onda de la línea verde del isótopo del mercurio ^{198}Hg , 546,2271 nm en el vacío, a 20,00°C en un tubo de 200,000 mm. Esta rotación óptica es $40,777 \pm 0,001^\circ$ angular. Para otras longitudes de onda la rotación óptica cambia; para la conversión de esta dispersión rotatoria de la sacarosa se emplea la fórmula de Bunnagel. Para la longitud de onda de 589,4400 nm en el vacío, de la luz amarilla de sodio filtrada espectralmente, el punto 100°Z es $34,626 \pm 0,001^\circ$ angular. Para los instrumentos con cuña de cuarzo, la longitud de onda efectiva ha sido fijada a 587,0000 nm situando el punto 100°Z en $34,934 \pm 0,001^\circ$ angular. Este valor

NCh1243/4

de rotación no tiene significancia práctica pero sirve para calcular el valor de polarización de una placa de cuarzo para control, en los instrumentos con cuña de cuarzo.

3 Principio

La rotación óptica de una muestra de azúcar es la suma algebraica del efecto predominante de su contenido de sacarosa, modificado por trazas de otros constituyentes ópticamente activos.

Este es un análisis físico que comprende tres pasos básicos:

- preparación de una solución normal de la muestra disuelta en agua, en un matraz volumétrico de 100 ml;
- determinación de la masa de la solución con el objeto de calcular posteriormente y si corresponde, una corrección final de la polarización por volumen; y
- determinación de la polarización por medición de la rotación óptica de la solución comparada con la rotación óptica de la solución estándar de sacarosa.

4 Aparatos

4.1 Sacarímetro con Escala Internacional de Azúcar, calibrado en °Z y una exactitud de $\pm 0,01^\circ$ Z.

NOTA 1) También se pueden usar otros polarímetros con escalas lineales. Los valores obtenidos deben transformarse a °Z mediante la determinación de un factor de conversión empleando una placa de cuarzo, certificada oficialmente en °Z (4.2), de acuerdo al siguiente procedimiento. La temperatura de la placa de cuarzo, t_p , y su rotación, Q , en la escala del instrumento son medidos tomando en cuenta el punto cero del instrumento. Si el valor certificado de la placa a 20°C es Q_{20} (ver NOTA 3), el factor de conversión es:

$$f = \frac{Q_{20} \{1 + 0,000144 (t_p - 20)\}}{Q}$$

Todas las mediciones de rotación óptica obtenidas con el instrumento deben multiplicarse por este factor.

4.2 Placa de cuarzo para control, certificada oficialmente en °Z a 20°C. El valor certificado de la placa deberá ser lo más próximo a 100°Z.

4.3 Matraces para análisis de azúcar, de 100 ml, que cumplan con las especificaciones ISO para la clase A, es decir, con una desviación no mayor de 0,1 ml con respecto a 100 ml.

4.4 Tubo de polarímetro, de 200 mm de longitud (o de la longitud específica para el sacarímetro empleado), que cumpla con la tolerancia ICUMSA para la clase A, es decir, con una desviación no mayor de 0,01% con respecto al valor establecido. El tubo preferiblemente debería estar provisto de una camisa y conectado al baño de agua

controlado por un termostato (4.7), para mantener la solución a una temperatura de $20,0^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ durante la medición.

4.5 Vidrios para tubos de polarímetro, que cumplan con las especificaciones de ICUMSA.

4.6 Balanza analítica, con una precisión de 1 mg.

4.7 Baño de agua, controlado termostáticamente a $20,0^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$.

4.8 Material usual de laboratorio

5 Procedimiento

Usar sólo agua destilada o desionizada.

Hacer todas las pesadas sin correcciones por presión atmosférica.

5.1 Determinación de la masa del matraz

Limpia muy bien el matraz, enjuagar con agua y secar en un horno a 40°C . Sacar del horno, enfriar y durante el enfriamiento, pasar a través del matraz una corriente de aire (por ejemplo, mediante un tubo de vidrio conectado a una bomba de vacío), con el objeto de remover cualquier agua residual. Cuando se alcance la temperatura ambiente (aproximadamente 30 min), pesar el matraz a $\pm 0,001$ g.

5.2 Preparación de la solución de la muestra

Pesar $26,000$ g $\pm 0,001$ g de la muestra y transferirla al matraz de 100 ml seco y tarado (5.1), con aproximadamente 60 ml de agua. Disolver el azúcar con agitación suave y sin calentar. Agregar agua hasta bajo la marca del aforo.

Ajustar la temperatura de la solución de azúcar a $20,0^{\circ}\text{C}$ manteniéndola en el baño de agua (4.7). Secar la pared interior del cuello del matraz con papel filtro y ajustar el volumen de la solución exactamente a la marca del aforo con agua ($20,0^{\circ}\text{C}$), empleando una jeringa hipodérmica o bien, una pipeta capilar. Cubrir el matraz con un pequeño vidrio de reloj para evitar pérdidas por evaporación y secar cuidadosamente la pared exterior. Colocar el matraz durante 30 min al lado de la balanza para lograr un equilibrio de la temperatura. A continuación, remover el vidrio de reloj y pesar el matraz con una exactitud de $\pm 0,001$ g. Sellar el matraz con una tapa limpia y seca, y mezclar su contenido completamente mediante agitación manual.

5.3 Corrección a cero del polarímetro

Registrar la lectura del instrumento con el compartimento vacío (sin tubo ni placa), P_0 . Cuando se usen sacarímetros con cuña de cuarzo, el instrumento debe estar en equilibrio térmico con el medio ambiente.

NOTA 2) La temperatura ambiente del laboratorio debe estar comprendida en el rango de temperatura de calibración del polarímetro.

5.4 Corrección de lectura del tubo del polarímetro

Colocar el tubo vacío, limpio y seco, en el polarímetro y registrar la lectura, P_R .

5.5 Rotación óptica de la placa de cuarzo para control

5.5.1 Para mediciones con polarímetros circulares fijar un termómetro en el lado exterior de la placa de cuarzo, de manera tal que el bulbo del primero esté en contacto con dicha placa. Después de transcurrido el tiempo suficiente para que el termómetro esté en equilibrio con la placa, registrar la temperatura, t_p , en °C. Registrar la lectura de la placa de cuarzo a esa temperatura, Q_t , en °Z.

5.5.2 Para mediciones con instrumentos provistos de cuña de cuarzo, es importante que la placa de cuarzo y el instrumento estén en equilibrio térmico con el medio ambiente. Registrar Q_t , la cual, en este caso, es independiente de la temperatura. Registrar como Q_{20} , el valor certificado de la placa de cuarzo, en °Z.

5.6 Rotación óptica de la solución de azúcar

Llenar el tubo del polarímetro empleado en 5.4 con la solución de la muestra 5.2 a 20°C (o bien, si hay desviación, leer la temperatura, t_r , y registrar), y colocar en el polarímetro exactamente en la misma forma como en 5.4. Registrar la polarización, P_L , en °Z. Si se usa un instrumento con cuña de cuarzo, registrar la temperatura ambiente, t_q , en °C.

La temperatura del compartimento para el tubo de la mayoría de los polarímetros automáticos es considerablemente superior a la temperatura ambiente. Por lo tanto, la temperatura de las placas de cuarzo para control y de los tubos de los polarímetros sin control termostático, se elevará rápidamente después de colocarlos en el polarímetro. Cuando se empleen tubos sin control de temperatura, es necesario medir la temperatura de la solución y la de la placa de cuarzo inmediatamente antes de colocarlas en el polarímetro y leer la polarización dentro del minuto de haber colocado el tubo en el polarímetro.

6 Expresión de los resultados

6.1 Cálculos

Leer todas las mediciones en el polarímetro a $\pm 0,01^\circ\text{Z}$ y las temperaturas a $\pm 0,1^\circ\text{C}$.

Calcular la polarización, P_{20} , corregida a 20°C, en la forma siguiente:

6.1.1 Para polarímetros circulares,

$$P_{20} = (P_L - P_R) \frac{Q_{20} \{1 + 0,000144(t_p - 20)\}}{Q_t - P_0} \{1 + c(t_r - 20)\}$$

6.1.2 Para polarímetros con cuña de cuarzo,

$$P_{20} = (P_L - P_R) \frac{Q_{20}}{Q_t - P_0} \{1 + c(t_r - 20) + 0,000144(t_q - 20)\}$$

En las que:

P_L = es la lectura en el polarímetro de la solución, en °Z (5.6);

P_R = es la lectura en el polarímetro del tubo vacío, en °Z (5.4);

Q_{20} = es el valor de polarización certificado en la placa de cuarzo para control, en °Z; (5.5)

Q_t = es la lectura en el polarímetro de la placa de cuarzo para control, en °Z (5.5);

P_0 = es la lectura del polarímetro vacío, en °Z (5.3);

t_p = es la temperatura de la placa de cuarzo, en °C (5.5.1);

t_r = es la temperatura de la solución, en °C (5.6);

t_q = es la temperatura de la cuña de cuarzo (temperatura ambiente) durante la lectura de la solución, en °C (5.5);

c = 0,000467 para tubos (4.4) de vidrio de boro-silicato (por ejemplo, Duran, Pyrex).

0,000462 para tubos (4.4) de vidrio de soda (vidrio corriente).

0,000455 para tubos (4.4) de acero inoxidable.

Cuando la temperatura de la solución durante la lectura, t_r , es igual a 20,0°C, la expresión $(t_r - 20)$ será cero y puede omitirse. Si es posible, usar un tubo con camisa, mantenido a 20,0°C durante la medición.

NOTA 3) Las placas de cuarzo certificadas, Q_{20} , antes del 01 de Julio de 1988 están en °S; para transformar estos grados a °Z, multiplicar por 0,99971. Tomar en cuenta si las placas de cuarzo están calibradas para sacarímetros con cuña de cuarzo (longitud de onda efectiva, 587 nm) o para instrumentos circulares con luz verde de mercurio (longitud de onda, 546,2271 nm).

Si la placa de cuarzo está certificada para 587 nm y es usada en un instrumento con luz verde de mercurio de 546 nm, dividir el valor de polarización por 1,0018. Si es usada en un instrumento con luz amarilla de sodio de 589 nm, multiplicar el valor de polarización por 1,0001. Si la placa de cuarzo está certificada para 546 nm y es usada en un instrumento con cuña de cuarzo (587 nm), multiplicar el valor de polarización por 1,0018. Si es usada en un instrumento con luz amarilla de sodio de 589 nm, multiplicar el valor de polarización por 1,0019.

Los valores certificados de polarización son válidos para tubos de 200 mm de longitud. Si se usa un instrumento con un tubo de otra longitud, d, multiplicar el valor certificado por el factor 200/d.

6.2 Corrección final de la polarización por volumen

Restar la masa del matraz (5.1) de la masa del matraz con la solución (5.2) y leer en la tabla 1 el volumen equivalente a la masa resultante. Si el valor obtenido de volumen difiere de 100,000 ml corregir la polarización P_{20} , aplicando el factor de corrección indicado en la misma tabla 1.

Tabla 1 - Corrección de la polarización del azúcar blanco

m	V	Corrección *)
109,461	99,800	- 0,200
109,471	99,810	- 0,190
109,481	99,820	- 0,180
109,491	99,830	- 0,170
109,501	99,840	- 0,160
109,511	99,850	- 0,150
109,521	99,860	- 0,140
109,531	99,870	- 0,130
109,541	99,880	- 0,120
109,551	99,890	- 0,110
109,561	99,900	- 0,100
109,571	99,910	- 0,090
109,581	99,920	- 0,080
109,591	99,930	- 0,070
109,601	99,940	- 0,060
109,610	99,950	- 0,050
109,620	99,960	- 0,040
109,630	99,970	- 0,030
109,640	99,980	- 0,020
109,650	99,990	- 0,010
109,660	100,000	± 0
109,670	100,010	+ 0,010
109,680	100,020	+ 0,020

(Continúa)

m masa de la solución, en g (sin corrección por presión atmosférica)

V volumen de la solución, en ml

*) corrección a ser aplicada a la lectura de la polarización, P_{20} en °Z.

Tabla 1 - Corrección de la polarización del azúcar blanco

(Conclusión)

m	V	Corrección ^{*)}
109,690	100,030	+ 0,030
109,700	100,040	+ 0,040
109,710	100,050	+ 0,050
109,720	100,060	+ 0,060
109,730	100,070	+ 0,070
109,740	100,080	+ 0,080
109,750	100,090	+ 0,090
109,760	100,100	+ 0,100
109,770	100,110	+ 0,110
109,780	100,120	+ 0,120
109,790	100,130	+ 0,130
109,800	100,140	+ 0,140
109,810	100,150	+ 0,150
109,820	100,160	+ 0,160
109,830	100,170	+ 0,170
109,840	100,180	+ 0,180
109,850	100,190	+ 0,190
109,860	100,200	+ 0,200

m masa de la solución, en g (sin corrección por presión atmosférica)

V volumen de la solución, en ml

*) corrección a ser aplicada a la lectura de la polarización, P_{20} en °Z.

NOTA 4) Los datos de la tabla 1 son válidos para pesadas realizadas a la presión atmosférica de 1013 hPa (1,013 bar). Variaciones normales de ± 30 hPa influyen en las correcciones de pesaje en ± 3 mg, produciendo errores en la corrección de la polarización presentada en la tabla 1 de $\pm 0,003^\circ\text{Z}$. Esta corrección puede ser omitida. Sin embargo, el descenso de la presión atmosférica con la altura produce valores de corrección en la polarización mayores a los de la tabla 1, en $0,0013^\circ\text{Z}$ por cada 100 m sobre el nivel del mar. A 400 m sobre el nivel del mar, esta desviación está dentro de las tolerancias de lectura de las balanzas. Los laboratorios ubicados a altitudes mayores deberían tomar en cuenta este efecto.

6.3 Resultado

Expresar el resultado como polarización en °Z, con una exactitud de $\pm 0,01^\circ\text{Z}$.

6.4 Precisión

La repetibilidad y la reproducibilidad fueron calculadas de acuerdo con la norma ISO 5725-1986.

La diferencia absoluta entre dos resultados obtenidos bajo condiciones de repetibilidad, no deberían ser mayores de $0,066^{\circ}\text{Z}$.

La diferencia absoluta entre dos resultados obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad, no deberían ser mayores de $0,094^{\circ}\text{Z}$.

Azúcar blanco - Métodos de análisis - Parte 4: Método Braunschweig para la determinación de la polarización por polarimetría

White sugar - Test methods - Part 4: The Braunschweig method for the polarisation by polarimetry

Primera edición : 1996
Reimpresión : 1999

Descriptores: *azúcar, análisis químico, polarimetría*

CIN 67.180.10

COPYRIGHT © 1997 : 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)