NMX-F-321-S-1978. DETERMINACIÓN DE FÉCULA POR HIDRÓLISIS ÁCIDA EN EMBUTIDOS. DETERMINATION OF STARCH IN SAUSAGES BY ACID HIDROLISIS. NORMAS MEXICANAS. DIRECCIÓN GENERAL DE NORMAS.

PREFACIO

En la elaboración de la presente Norma participaron los siguientes Organismos:

Laboratorio Nacional de Salubridad.
Dirección General de Control de Alimentos, Bebidas y Medicamentos de la Secretaría de Salubridad y Asistencia.
Laboratorio Central de la Secretaria de Hacienda y Crédito Publico.
Empacadora Brener, S.A.
Parma Industrial, S.A.
Cámara Nacional de la Industria de la Transformación.

0- INTRODUCCIÓN

Para determinar la fécula o almidón presente en un embutido, este método incluye dos pruebas: La prueba cualitativa que se menciona, debe preceder al ensayo cuantitativo, el cual debe aplicarse en los casos de positividad o cuando se sospeche el empleo de harina de soya, para la cual la prueba de yodo no es aplicable. Mediante el método cuantitativo para fécula, se detecta la presencia de otros carbohidratos propios de la carne, como glucógeno del hígado u otras vísceras o aquellos empleados en la manufactura del alimento.

1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

La presente Norma establece el método para la determinación de fécula o almidón por hidrólisis ácida en muestras de embutidos.

2. REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta Norma es indispensable la consulta de la siguiente Norma Mexicana vigente:

NMX-F-312 Determinación de reductores directos y totales en alimentos.

3. REACTIVOS Y MATERIALES

Los reactivos que a continuación se indican, deben ser grado analítico. Cuando se mencione agua debe entenderse agua destilada.

3.1Reactivos

3.1.1 Reactivo para la prueba cualitativa

Solución de lugol: Disolver 10 g de yoduro de potasio (KI) en 70 ml de agua, cuando esté complemente disuelto, añadir 5 g de yodo metálico. Disolver y completar el volumen a 100 ml con agua.

3.1.2 Reactivos para la prueba cuantitativa

a) Solución A: Solución de sulfato de cobre: Disolver 34.639 g de sulfato de cobre pentahidratado ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) con agua, hasta completar un volumen de 500 ml y filtrar a través de lana de vidrio o papel.

b) Solución B: Solución alcalina de tartrato de sodio y potasio: Disolver por separado 173.0 g de tartrato doble de sodio y potasio (Sal de Rochelle) ($KNaC_4 H_4 O_6 \cdot 4H_2O$) y 50.0 g de hidróxido de sodio (NaOH) en agua, mezclarlas y diluir hasta completar un volumen de 500 ml, dejar reposar dos días. Filtrar a través de asbesto preparado.

c) Solución estándar de sacarosa invertida al 1 %: Determinar en la balanza analítica 9.5 g de sacarosa, añadir 5 ml de HCl concentrado y diluir con aproximadamente 100 ml de agua, guardar tres días a una temperatura entre 20 y 25 °C ó siete días a una temperatura entre 12 y 15° C, completar con agua a un volumen de 1000 ml. Esta solución se conserva por un período de tres a cuatro meses. Neutralizar una alicuota con NaOH 1N y diluir a una concentración conocida inmediatamente antes de usarse.

d) Solución acuosa de azul de metileno al 0.2 %.
e) Hidróxido de sodio en escamas, 1:1 P/V y 1N.
f) Acido clorhídrico concentrado.

3.2 Materiales.

3.2.1 Materiales para la prueba cualitativa.

a) Cápsula de porcelana o vaso de precipitados de 50 ml.
b) Agitador de vidrio.
c) Tijeras o cuchillo.
d) Baño de agua con termostato y termómetro.
e) Mortero.
f) Matraz aforado de 100 ml.
g) Vaso de precipitados de 100 ml.
h) Parrilla eléctrica cerrada.

3.2.2 Materiales para la prueba cuantitativa

a) Matraces aforados de 100, 250, 500 y 1000 ml.
b) Matraces Erlenmeyer de 250 y 500 ml.
c) Embudo.
d) Papel filtro.
e) Bureta de 50 ml graduada en décimas.
f) Columna refrigerante.
g) Pipetas serológicas de 10 ml, graduadas en décimas.

h) Pipetas volumétricas de 5 ml.
i) Lana de vidrio.
j) Asbesto para filtración.
k) Pinzas para refrigerante, bureta y matraz.
l) Soporte universal y anillo.
m) Rejilla de asbesto o equivalente.

4 APARATOS E INSTRUMENTOS

- Balanza analítica con ± 0.1 mg de sensibilidad.

5. PROCEDIMIENTO

5.1 Prueba cualitativa

5.1.1 Tomar de 2.5 a 5 g de muestra molida y transferir a la cápsula o vaso de precipitados.
5.1.2 Añadir 10 ml de agua o una cantidad suficiente para que la muestra se disgregue completamente.
5.1.3 Calentar en una parrilla eléctrica cerrada, durante 2 ó 3 minutos, a una temperatura de 90 a 95 °C.
5.1.4 Agregar unas gotas de solución de lugol.
5.1.5 La prueba es positiva si aparece color azul.

5.2 Prueba cuantitativa.

5.2.1 Titulación del reactivo.

5.2.1.1 Llevar 10 ml de la solución de sacarosa invertida, previamente neutralizada a 100 ml con agua y colocarla en una bureta.

5.2.1.2 Dejar caer la solución de sacarosa invertida a un matraz Erlenmeyer que contenga 5 ml de solución A, 5 ml de solución B y 50 ml de agua en franca ebullición.

5.2.1.3 Un poco antes de la total reducción del cobre, añadir 1 ml de solución acuosa de azul de metileno al 0.2 % y completar la titulación sin que el tiempo de ebullición pase de 3 minutos, hasta decoloración del indicador (mantener continua la emisión de vapor para prevenir la reoxidación del cobre del indicador).

5.2.1.4 Si se gastan menos de 15 ml ó más de 50 ml de solución de sacarosa invertida, preparar nueva dilución para que el gasto quede comprendido dentro de estos límites.

5.2.1.5 Título del reactivo: multiplicar los ml de solución de sacarosa invertida requeridos para la titulación, por los mg/ml de la misma: Este título equivale a los mg totales de azúcar invertido para reducir el cobre de las alicuotas de las soluciones A y B juntas.

5.2.2 Ensayo de la muestra

5.2.2.1 Colocar de 5 a 10 g de muestra molida en un matraz Erlenmeyer de 500 ml, añadir 150 ml de agua y 25 ml de ácido clorhídrico concentrado.

5.2.2.2 Ajustar el matraz al equipo para reflujo y reflujar entre 1 y 1:15 horas.

5.2.2.3 Dejar enfriar y neutralizar con hidróxido de sodio, primero con lentejas y ya para acercarse a la neutralidad con NaOH 1:1 P/V.

5.2.2.4 Transferir el hidrolizado a un matraz aforado de 250 ml, completar el volumen con agua, filtrar, colocar el filtrado en una bureta y proceder como en la titulación del reactivo (véase 5.2.1).

6. EXPRESIÓN DE RESULTADOS

La fécula o almidón contenida en muestras de embutidos se calcula de la siguiente fórmula:

$$\text{mg de fécula ó almidón en 100 g de la muestra} = \text{título de la solución A + B} \times \frac{250}{\text{ml de muestra gastados}} \times \frac{100}{\text{g de muestra}} \times 0.9$$

Donde:

0.9 = factor de conversión de glucosa a almidón.

Al valor obtenido para fécula o almidón se debe restar la cantidad correspondiente a los reductores totales, determinada aplicando la Norma NMX-F-312 (véase 2).

6.1 Reproducibilidad

La diferencia entre los valores de tres determinaciones efectuadas inmediatamente una después de la otra, sobre la misma muestra, por el mismo analista y con los mismos reactivos y aparatos, no debe exceder en 0.1 unidades. En caso contrario, debe repetirse la determinación. El resultado final debe expresarse como el promedio de los tres análisis.

7. BIBLIOGRAFÍA

Dirección General de Investigación en Salud Pública de la Secretaría de Salubridad y Asistencia. Técnicas de Análisis fisicoquímico de Alimentos, 1976.

8. CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

La presente Norma no concuerda con ninguna Norma Internacional, por no existir sobre el tema.

Fecha de aprobación y publicación: Agosto 29, 1978.