



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NORMA MEXICANA

NMX-F-593-SCFI-2013

CAFÉ VERDE Y TOSTADO – DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD APARENTE POR CAÍDA LIBRE DE GRANOS ENTEROS DE CAFÉ – MÉTODO DE RUTINA

GREEN AND ROASTED COFFEE- DETERMINATION OF FREE-
FLOW BULK DENSITY OF WHOLE BEANS – ROUTINE METHOD



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-F-593-SCFI-2013

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana, participaron las siguientes empresas e instituciones:

- AGROINDUSTRIAS UNIDAS DE MÉXICO, S.A DE C. V.
- ASOCIACIÓN MEXICANA DE LA CADENA PRODUCTIVA DEL CAFÉ, A.C. (AMECAFÉ).
- ASOCIACIÓN MEXICANA DE CAFÉS Y CAFETERIAS DE ESPECIALIDAD, A.C.
- ASOCIACIÓN MEXICANA DE EXPORTADORES DE CAFÉ, A. C.
- ASOCIACIÓN NACIONAL DE LA INDUSTRIA DEL CAFÉ, A.C.
- CAFÉ TOSTADO DE EXPORTACION, S.A. DE C.V.
- CAFÉS FINOS DE CÓRDOBA, S.A, DE C.V.
- CAFIVER, S.A DE C.V.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES, GRASAS, JABONES Y DETERGENTES (CANAJAD).
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL PARA CAFÉ Y SUS PRODUCTOS (CTNN_CAFÉ).
- DESCAFEINADORES MEXICANOS, S. A. DE C. V. (DESCAMEX).
- INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES FORESTALES, AGRÍCOLAS Y PECUARIAS (INIFAP).
- INSTITUTO MEXICANO DE EDUCACIÓN PARA EL CONSUMO, A.C.
- NESTLÉ MÉXICO, S.A. DE C.V.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-F-593-SCFI-2013

- SABORMEX, S.A. DE C.V.
- SOCIEDAD MEXICANA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, S.C.
- SECRETARÍA DE AGRICULTURA, GANADERIA, DESARROLLO RURAL, PESCA Y ALIMENTACIÓN (SAGARPA).
Subsecretaría de Agricultura. Dirección General de Fomento a la Agricultura.
- SECRETARÍA DE ECONOMÍA (SE).
Dirección General de Normas.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-F-593-SCFI-2013

INDICE DEL CONTENIDO

NÚMERO DEL CAPÍTULO	Página
0 INTRODUCCIÓN	1
1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	2
2 REFERENCIAS	2
3 DEFINICIONES	3
4 PRINCIPIO	3
5 MUESTREO	6
6 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA DE PRUEBA	6
7 CÁLCULO	7
8 REPETIBILIDAD	7
9 REPORTE DE LA PRUEBA	8
10 VIGENCIA	8
11 BIBLIOGRAFÍA	8
12 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	10
APENDICE INFORMATIVO A.- Café tostado molido – Determinación del contenido de humedad – Método Karl Fischer (Método de referencia)	11



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-F-593-SCFI-2013

CAFÉ VERDE Y TOSTADO – DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD APARENTE POR CAÍDA LIBRE DE GRANOS ENTEROS DE CAFÉ – MÉTODO DE RUTINA

GREEN AND ROASTED COFFEE- DETERMINATION OF FREE-
FLOW BULK DENSITY OF WHOLE BEANS – ROUTINE METHOD

0 INTRODUCCIÓN

La determinación de la densidad a granel en granos de café verde y/o café verde tostado es importante para su comercialización ya que determina el volumen ocupado por una masa de granos, el cual es un factor importante en el proceso de transformación, envasado, almacenamiento y transporte de los mismos.

La densidad a granel es definida como el cociente entre la masa del volumen ocupado.

La medición de la masa que ocupa un volumen fijo conocido bajo condiciones precisas de llenado es una técnica ampliamente practicada para determinar la densidad a granel tanto del café verde como del tostado.

La densidad a granel de los granos de café determinada de esta manera variará de acuerdo con la masa, tamaño y forma de cada grano y en menor medida de la cantidad de humedad en el momento de la medición.

El llenado de un contenedor de volumen conocido en caída libre estará determinado por las condiciones de caída establecidas en el método; la precisión del método está influenciada por un correcto procedimiento de nivelación de los granos en el contenedor.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

Los factores botánicos, hortícolas, de tratamiento, almacenamiento y manejo, incluyendo los efectos de la edad, influyen de diversas maneras la densidad a granel de café verde; mientras que las condiciones y comportamiento del grano durante el tostado influyen la densidad a granel de los granos.

El método adoptado como método de rutina necesita ser tan simple como sea posible y sujeto al mínimo error humano; el equipo debe ser fácil de utilizar en donde quiera que el café sea producido, vendido o comprado.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

La presente norma mexicana, describe un método de rutina para la determinación de la densidad de café verde o café tostado a granel bajo condiciones de caída libre en granos enteros de un contenedor a otro. Este se distingue de cualquier otro método para determinar la densidad de granel empacado.

La determinación del porcentaje de humedad o la pérdida de masa en el horno de calentamiento son importantes y deben llevarse a cabo al mismo tiempo que la determinación de la densidad a granel.

2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de la presente de norma mexicana se deben consultar las siguientes normas oficiales mexicanas o normas mexicanas vigentes o las que las sustituyan:

NMX-F-013-SCFI-2012	Café puro tostado, en grano o molido, sin descafeinar o descafeinado – Especificaciones y Métodos de Prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 10 de marzo de 2010.
NMX-F-107-SCFI-2008	Café verde en sacos – Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1 de julio de 2008.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-F-586-SCFI-2008	Café y su productos – Vocabulario – Términos y definiciones. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 16 de diciembre de 2008.
NMX-F-176-SCFI-2008	Café verde – Determinación de la pérdida de masa a 105°C – Método de Prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2 de septiembre de 2008.
NMX-F-181-SCFI-2010	Café verde – Determinación del contenido de humedad – Método de Prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de enero de 2011.

3 DEFINICIONES

Para la correcta interpretación de la presente norma mexicana, además de consultar las definiciones establecidas en la norma mexicana NMX-F-586-2008 (véase 2 Referencias) se establece la siguiente:

3.1 DENSIDAD A CAIDA LIBRE:

La relación de la masa de café verde o tostado entre el volumen que ocupa (masa por unidad de volumen) después de haberse vertido libremente en un recipiente de recepción, bajo las condiciones especificadas en la presente norma mexicana, con un contenido de humedad dado (o un valor dado para la pérdida de masa en el horno de calentamiento).

Se expresa convencionalmente en gramos por litro (o equivalentemente, kilogramos por metro cúbico).

4 PRINCIPIO

Permitir que una muestra fluya libremente de una tolva específica a un recipiente de recepción, de volumen conocido y el pesaje del contenido del recipiente.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

4.1 Material y Equipo

Aparatos de laboratorio habituales y en particular, los siguientes:

4.1.1 Balanza

Capaz de pesar con una precisión de ± 0.1 g

4.1.2 Aparatos para la determinación de densidad de caída libre

4.1.2.1 Tolva en forma de embudo

Con puerta corrediza en su extremidad inferior, de acero inoxidable o algún otro metal resistente a la corrosión, firmemente montada en un soporte adjunto a una base rígida (no se muestra en la figura). Las dimensiones de la tolva se deben ajustar a las dadas en la figura 1.

4.1.2.2 Receptor de medición

Preferentemente de acero inoxidable o bien, de plástico rígido (de por lo menos 6.35 mm de espesor), capacidad aproximada de 1000 mL. La capacidad del receptor de medición se conocerá hasta el último milímetro y sus dimensiones exactas se deben ajustar a aquellas dadas en la figura 1.

La distancia entre la puerta corrediza de la tolva y la parte superior del receptor de medición debe permanecer constante en $76.2 \text{ mm} \pm 1.5 \text{ mm}$.

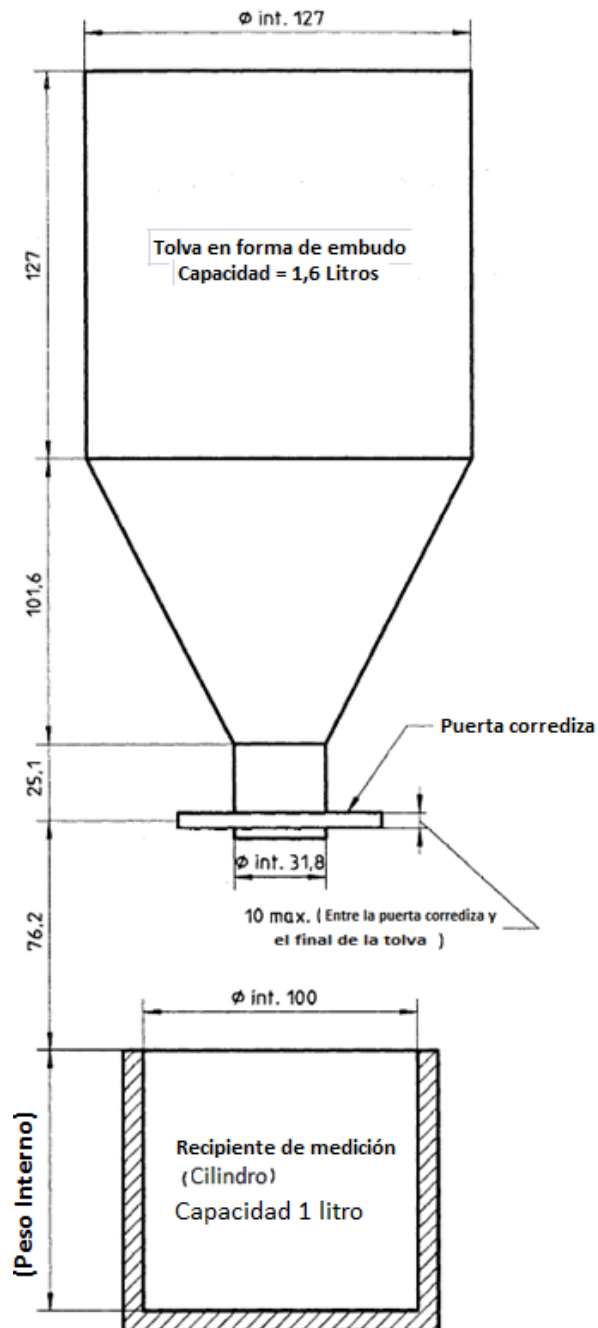
4.1.3 Espátula

O bien, alguna otra herramienta adecuada de nivelación que tenga un borde recto.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

Figura 1.- Tolva en forma de embudo





SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

5 MUESTREO

Es importante que el laboratorio reciba una muestra que sea verdaderamente representativa y no haya sido dañada o alterada durante su traslado y almacenamiento. Se recomienda el uso de la NMX-F-107-SCFI-2008 (véase 2 Referencias).

6 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA DE PRUEBA

De la muestra de laboratorio, tomar al menos 1 kilogramo de muestra representativa del lote.

6.1 Procedimiento

6.1.1 Llevar a cabo las determinaciones con la muestra de prueba, por duplicado.

6.1.2 Cerrar la puerta corrediza de la tolva y asegurarse de que la distancia entre la puerta corrediza y la parte superior del contenedor o recipiente de recepción esté como se especifica (véase figura 1).

6.1.3 Llenar la tolva con la muestra de prueba.

6.1.4 Pesar el recipiente de medición con una precisión de 0.1 g. Centrar el recipiente de medición debajo de la descarga de la tolva y abrir la puerta corrediza. Dejar que la tolva se vacíe y que el receptor de medición se desborde libremente (los granos de café deberán fluir a una velocidad constante).

6.1.5 Remover de inmediato el exceso de los granos de café usando la espátula, sosteniéndola en posición horizontal para formar un nivel de superficie parejo con la parte superior del contenedor de recepción. Evitar mover o agitar el receptor de medición antes de que el exceso de granos sea removido.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- 6.1.6** Pesar el receptor de medición y su contenido con una precisión 0.1 g.
- 6.2** Determinar el contenido de humedad de la muestra de prueba de acuerdo con la NMX-F-181-SCFI-2010 (véase 2 Referencias) para el caso de café verde o de acuerdo al método de prueba descrito en el Apéndice Informativo A para el caso de café tostado, o bien, determinar la pérdida en masa por calentamiento de acuerdo con la NMX-F-176-SCFI-2008 (véase 2 Referencias) para el caso de café verde o de acuerdo al método de prueba descrito en el capítulo 11, inciso 11.5 de la NMX-F-013-SCFI-2010 (véase 2 Referencias) para el caso de café tostado.

7 CÁLCULO

La densidad de caída libre, expresada en gramos por litro, está dada por:

$$\frac{m_2 - m_1}{v}$$

En donde:

- m_1 : es la masa en gramos, del recipiente de medición vacío;
- m_2 : es la masa en gramos, del recipiente de medición lleno de granos de café;
- v : es la capacidad en litros, del recipiente de medición.

Se debe tomar como resultado la media aritmética de los valores obtenidos en la determinación, siempre que la condición de repetibilidad sea satisfecha.

8 REPETIBILIDAD

La diferencia absoluta entre dos resultados independientes de una sola prueba, obtenidos usando el mismo método con idéntico material para la prueba, en el mismo laboratorio, con el mismo operador usando el mismo equipo en un corto intervalo de tiempo no debe ser mayor al 1% de la media.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

9 REPORTE DE LA PRUEBA

9.1 El reporte de la prueba debe especificar:

- el método de muestreo con el cual la muestra se llevó a cabo, si se conoce;
- el método utilizado;
- los resultados obtenidos en la prueba, y
- si la repetibilidad se ha comprobado, el resultado final obtenido.

9.2 También se deben mencionar todos los detalles operativos no especificados en la presente norma mexicana o aquellos considerados como opción en conjunto con los detalles de cualquier incidente que haya podido influenciar los resultados de la prueba.

9.3 El reporte de la prueba debe incluir el porcentaje del contenido de humedad o la pérdida de masa en el horno de calentamiento, así como el método utilizado para determinarlo.

9.4 El método de la prueba debe incluir toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra.

10 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

11 BIBLIOGRAFIA

ISO 1447:1978 Café verde – Determinación del contenido de humedad (método de rutina).



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- ISO 3509:2005 Coffee and coffee products – Vocabulary. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Cuarta edición. 2005.
- ISO 4072:1982 Green coffee in bags – Sampling. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Primera Edición. 1982.
- ISO 4149:2005 Green coffee - Olfactory and visual examination and determination of foreign matter and defects. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Segunda Edición. 2005.
- ISO 6666:1983 Coffee triers. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Primera edición. 1983.
- ISO 6667:1985 Green coffee - Determination of proportion of insect-damaged beans. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Primera Edición. 1985.
- ISO 6669:1995 Green and roasted coffee – Determination of free-flow bulk density of whole beans – Routine method. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Primera Edición. 1995.
- ISO 6673:2003 Green coffee - Determination of loss in mass at 105 degrees C. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Segunda Edición. 2003.
- ISO 8455:2011 Green coffee - Guidelines for storage and transport. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Segunda Edición. 2011.
- ISO 11294:1994 Café tostado y molido - Determinación del contenido de humedad- Método por determinación de pérdida de masa a los 103°C (método de rutina).



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

ISO 11817:1994 Café tostado y molido- Determinación del contenido de humedad – Método de Karl Fischer (de referencia).

Coffee. Growing, Processing, Sustainable Production. Jean Wintgens Editor. Wiley-Vch; 2009.

12 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana coincide básicamente con la norma internacional ISO 6669:1995 en el cuerpo de la norma y difiere en los siguientes puntos:

5 Muestreo. Este capítulo se adiciona para citar la correspondiente norma mexicana equivalente a la norma ISO 4072:1982 para muestreo, requerida en la norma ISO 6669:1995 que sirve de referente para el desarrollo de la presente norma mexicana.

APÉNDICE INFORMATIVO A. Este apéndice informativo es uno de los dos métodos de libre selección que la norma ISO 6669:1995 sugiere para determinar el contenido de humedad de la muestra de prueba en el caso de café tostado (6.2)

Modificación del primer párrafo del capítulo 6 respecto del capítulo 7 de la ISO 6669:1995. En la práctica se encontró que 900 gramos de muestra resulta una cantidad insuficiente para realizar los ensayos establecidos en la norma ISO 6669:1995, por requerirse un libre desbordamiento del grano de café en el contenedor o recipiente.

Modificación del inciso 6.1.3 respecto del 8.3 de la ISO 6669:1995. Llenar la tolva con el total de la muestra de prueba da mayor precisión al ensayo (repetibilidad) al disminuir el margen de error.

Modificación del inciso 6.2 respecto del 8.5 de la ISO 6669:1995. Actualmente están disponibles tres normas mexicanas basadas en normas ISO de las cuatro referencias indicadas como métodos de prueba para la determinación de humedad o pérdida de masa por calentamiento en la norma ISO 6669:1995, requiriéndose por lo tanto, incorporar el Método de Ensayo de Determinación del contenido de humedad - Método Karl Fisher, como uno de los métodos de prueba de referencia sugeridos.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

APÉNDICE INFORMATIVO A.- Café tostado molido – Determinación del contenido de humedad – Método Karl Fischer (Método de referencia)

A.1 Alcance

El presente apéndice especifica uno de los métodos utilizados para la determinación del contenido de humedad en café tostado molido (método de titulación Karl Fischer), tomado de la Norma ISO 11817:1994 (véase 10 Bibliografía).

A.2 Definiciones

A.2.1 Contenido de humedad:

Contenido de humedad, extraído con metanol seco en concordancia con el procedimiento especificado a continuación.

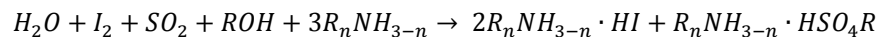
El contenido es expresado como porcentaje en peso.

A.3 Principio

Extracción de la porción de la muestra con metanol seco a 65 °C (temperatura de ebullición) bajo reflujo con exclusión de humedad. Después de enfriar, titular una alícuota del extracto retenido en un aparato Karl Fischer hasta que el punto final de titulación sea alcanzado de acuerdo al método biamperométrico (voltametría).

A.4 Reacción

Durante la determinación del contenido de humedad de acuerdo al método Karl Fischer, el agua presente en la muestra reacciona en presencia de una amina y un alcohol con yodo y dióxido de azufre:



Donde:

R= es un grupo alquil o alcoxil.

El punto final de la reacción es obtenido electrométricamente por un excedente de yodo.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

A.5 Reactivos y materiales

Usar solo los reactivos del grado analítico requerido, al menos que se especifique, y agua destilada o desmineralizada o agua de pureza equivalente.

A.5.1 Reactivo Karl Fischer

A.5.2 Metanol, que contenga no más de 0.01 % (m/m) de agua.

A.5.3 Tamiz molecular de 0.3 nm, en forma de perlas con diámetro aproximado de 2 mm y densidad aparente (suelto) de aproximadamente 75 g por 100 mL.

A.6 Equipo

Equipo de laboratorio usual y, en particular, el siguiente:

A.6.1 Horno de secado, capaz de ser operado a $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, para almacenamiento constante de material de vidrio.

A.6.2 Balanzas Analíticas

A.6.2.1 Ultra micro balanza, capaz de pesar con una exactitud de 0.0001 g para la determinación del título del reactivo Karl Fischer.

A.6.2.2 Micro balanza, capaz de pesar a 0.001 g para el peso de la porción de la muestra.

A.6.3 Equipo para reflujo

A.6.3.1 Dispositivo de calentamiento, apropiado para matraz de fondo redondo de 100 mL; el nivel de calentamiento debe ser mantenido por medio de un regulador tiristor.

A.6.3.2 Matraz de fondo redondo de 100 mL con boca cónica esmerilada.

NOTA A.1: Se requieren al menos tres matraces.

A.6.3.3 Condensador de reflujo, 25 cm a 30 cm de longitud, con junta cónica esmerilada.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

A.6.3.4 Tubos de secado, lleno con aprox. 40 g de tamiz molecular (6.3); cambiar diariamente.

A.6.4 Equipo para titulación

NOTA A.2: Para la determinación del contenido de humedad de acuerdo al método Karl Fischer, el equipo completo de titulación, consiste en dos partes sencillas indicadas de A.6.4.1 a A.6.4.5, las cuales son comercialmente disponibles.

A.6.4.1 Indicador de punto final, para titulación de acuerdo al método biamperométrico (voltimetría).

A.6.4.2 Electrodo doble de platino

A.6.4.3 Agitador magnético, equipado con barra magnética cubierta de politetrafluoroetileno.

A.6.4.4 Recipiente de titulación, de aproximadamente 100 mL de capacidad, con al menos tres orificios de vidrio.

Conectar uno de los orificios de vidrio a la bureta, colocar el electrodo doble de platino en la segunda y usar la tercera para adicionar el reactivo y la muestra. Una tapa con descarga en la parte superior del recipiente es una ventaja. Conectarla al recipiente con un tubo capilar teniendo un volumen de no más de 0.5 mL. Los recipientes de titulación sin tapa con descarga, deben tener cuatro ranuras de vidrio. Vaciarlas por medio de un tubo de vidrio estirado hacia afuera hasta un capilar logrando llegar al fondo del recipiente.

A.6.4.5 Bureta, graduada en intervalos de 0.05 mL, recipiente para reactivo y tubos de secado.

Cuando se utilizan dispositivos de titulación automáticos, el intervalo mínimo depende de la información del fabricante (ej. 0.02 mL).

Proteger el recipiente para reactivo, la bureta y el reactivo Karl Fischer (A.5.1) de la luz. Cerrar todos los orificios ventilados en el recipiente de titulación e incluso los tubos de secado, los cuales han sido cargados con un agente de secado efectivo o tamiz molecular, o con receptores de secado llenos del reactivo (A.5.1), con el fin de excluir la influencia de la humedad del aire.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- A.6.5** Jeringa, para mediciones de 30 μ L a 40 μ L de agua para la determinación del título (por ejemplo, Micro-jeringa Hamilton 0.05 mL).
- A.6.6** Desecador, que contenga un agente de secado efectivo, ej. Sílica gel con indicador de humedad, o tamiz molecular.
- A.6.7** Probeta, de 100 mL de capacidad, graduada con escala de 1 mL.
- A.6.8** Pipetas, de 5 mL, 10 mL y 50 mL de capacidad.
- A.7** Muestreo

Es importante que el laboratorio reciba una muestra verdaderamente representativa y no haya sido dañada o cambiada durante la transportación o el almacenamiento.

A.8 Preparación de la muestra

A.8.1 Café tostado molido

Mezclar completamente la muestra de laboratorio.

A.8.2 Café tostado molido al vacío

Una unidad del empaque original debe considerarse como muestra de análisis.

A.9 Procedimiento

A.9.1 Determinar el título del reactivo (A.5.1).

Para una dosis exacta de cantidades pequeñas de agua, usar jeringa (A.6.5); la descarga se obtiene por diferencia de pesos con la ultra micro balanza (A.6.2.1).

Determinar el volumen requerido mediante varias titulaciones (A.9.6) de 30 mg a 40 mg de agua y calcular el título, T , de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$T = \frac{m}{V}$$



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

Donde:

m: es la masa, en miligramos, del agua utilizada;
V: es el volumen, en mililitros, del reactivo (A.5.1) utilizado.

A.9.2 Preparación del material de vidrio

Mantener todo el material de vidrio requerido en el horno (A.6.1) a 40°C. Antes de usar, permitir que el material de vidrio se enfríe a temperatura ambiente en el desecador (A.6.6) y almacenarlo ahí.

A.9.3 Preparación del aparato de reflujo

Colocar 75 mL de metanol (A.5.2) en un matraz de fondo redondo de 100 mL (A.6.3.2). Ajustar el nivel de calentamiento en el dispositivo de calentamiento (A.6.3.1), con el suministro de agua fría cerrado, por medio del regulador de tiristor, de tal manera que el metanol condense en el extremo superior del condensador de reflujo (A.6.3.3). Anotar el nivel de calentamiento. Entonces, cerrar el aparato con el tubo de secado (A.6.3.4) y hervir el metanol sin alterar el nivel de calentamiento por 30 minutos bajo reflujo. Abrir el suministro de agua fría y permitir que el aparato se enfríe. No remueva el matraz hasta que el aparato se haya enfriado a temperatura ambiente.

Después de esta preparación, remover el agua adherida de la superficie interna del condensador de reflujo. Inmediatamente después de haber removido el matraz, cerrar el aparato de reflujo así preparado con el matraz de fondo plano que contiene un agente desecante (tamiz molecular o sílica gel con indicador de humedad).

A.9.4 Determinación del valor del blanco

Pipetear 50.0 mL de metanol seco en un matraz de fondo redondo seco de 100 mL (A.6.3.2) y hervir con suministro de agua fría por 30 min. Entonces, permitir enfriar el matraz de fondo redondo, removerlo del aparato y cerrar el matraz de inmediato.

Tomar una alícuota de 10.0 mL para la titulación del valor del blanco y titularlo como se describe en A.9.5 y A.9.6. Registrar el volumen de reactivo Karl Fischer utilizado.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

A.9.5 Extracción de muestras

Pesar, con una precisión de 0.001 g, aproximadamente 3 g de la porción de muestra (cláusula A.8) en un matraz de fondo redondo de 100 mL. Adicionar 50.0 mL de metanol seco por medio de una pipeta y cerrar el frasco inmediatamente.

Unir el matraz de fondo redondo al condensador de reflujo y calentar el contenido al mismo nivel de calentamiento que se describe en A.9.3 (utilizando como referencia el nivel de calentamiento registrado previamente en el regulador de tiristor) con suministro de agua fría hasta el inicio del reflujo. Luego permitir que el matraz de fondo redondo se enfríe a temperatura ambiente, removerlo del condensador de reflujo y cerrar el matraz inmediatamente.

A.9.6 Preparación del aparato de titulación

Preparar el aparato de titulación (A.6.4) de acuerdo con las instrucciones del fabricante. La estanqueidad del aire del recipiente de titulación es especialmente importante.

NOTA A.3: Una medición de falta de estanqueidad es una fuga ($\mu\text{g H}_2\text{O}$ por min) del sistema. Esto puede estar entre 10 $\mu\text{g}/\text{min}$ y 60 $\mu\text{g}/\text{min}$ dependiendo de la humedad del aire del ambiente. La determinación de fugas es realizada de acuerdo a las instrucciones del fabricante del titulador Karl Fischer utilizado y no debe exceder 60 $\mu\text{g}/\text{min}$ para la determinación.

Colocar 35 mL de metanol seco (receptor) en el recipiente de titulación. Tener cuidado que las partes metálicas del electrodo doble de platino (A.6.4.2) están inmersas completamente.

Diariamente, antes de cada uso, acondicionar el sistema a una pseudo titulación por 20 minutos, donde el agua adherida es removida completamente.

A.9.7 Determinación

Dependiendo del contenido de agua esperado de las muestras de café tostado molido, tomar una alícuota de 10.0 mL [contenido de agua <3% (m/m)] o 5.0 mL [contenido de agua >3% (m/m)] de la muestra extraída de acuerdo con



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

A.9.5 y pipetear rápidamente en el recipiente de titulación preparado de acuerdo a A.9.6 abriendo el recipiente por el menor tiempo posible.

Iniciar la titulación automática mientras se agita con un agitador magnético (A.6.4.3). La dosis del reactivo y el reconocimiento del punto final es controlado automáticamente por el aparato.

Ajustar el aparato de modo que la titulación electrónica finalice si no ocurre cambio en el potencial por más de 15 mV durante 20 s.

Realizar tres titulaciones de cada extracto (o para la determinación del valor del blanco). No cambiar el receptor (A.9.6). Usar el promedio aritmético de los resultados de las tres titulaciones como un valor para el cálculo (A.10.1).

A.10 Expresión de los resultados

A.10.1 Cálculos

El contenido de humedad del café tostado molido, w_w , expresada como porcentaje por peso de la muestra, es calculado de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$w_w = \left(V_4 - \frac{V_3 \times V_2}{V_5} \right) \times T \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{100}{m_E}$$

Donde:

- T: es el título (A.9.1) del reactivo Karl Fischer, en miligramos de agua por mililitro,
- M_E : es el peso de la porción de la muestra, en miligramos;
- V_1 : es el volumen de metanol, en mililitros, usado en la titulación;
- V_2 : es el volumen de la alícuota, en mililitros, usado en la titulación;
- V_3 : es el volumen, en mililitros, del reactivo Karl Fischer (A.5.1) usado en la titulación del valor del blanco (A.9.4);
- V_4 : es el volumen de metanol, en mililitros, del reactivo Karl Fischer (A.5.1) usado en la titulación del extracto de la muestra (A.9.7);
- V_5 : es el volumen de la alícuota de metanol, en mililitros, usado para la determinación del valor del blanco (A.9.4);

Redondear el resultado a un valor decimal.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

A.10.2 Precisión

Resultados de una prueba interlaboratorio se indican en la tabla A.1. La prueba interlaboratorio fue realizada usando las muestras empacadas al vacío exclusivamente.

A.10.2.1 Repetibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados sencillos independientes obtenidos con materiales idénticos en el mismo laboratorio realizado por los mismos analistas usando el mismo equipo dentro de un corto intervalo de tiempo no debe exceder de 0.14%.

A.10.2.2 Reproducibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados sencillos independientes obtenidos usando el mismo método con materiales idénticos en diferentes laboratorios, realizado por distintos analistas usando equipo diferente, no debe exceder de 0.25%.

A.11 Reporte de prueba

El reporte de prueba debe especificar:

- El método utilizado;
- El resultado obtenido;
- Si la repetibilidad ha sido verificada, la cita final del resultado obtenido.

Asimismo, deben reportarse todos los detalles operativos no especificados en el presente procedimiento o aquellos que sean considerados como opcionales, junto con los detalles de cualquier incidente que pudieran haber influido en el resultado de la prueba.

El reporte de prueba debe incluir toda la información necesaria para la identificación completa de la muestra.

Informativo: Una prueba interlaboratorio fue realizada en 1988, por el *Deutsches Institut für Normung*, en la cual nueve laboratorios participaron;



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

cada uno realizó dos determinaciones de la muestra. Los resultados analíticos obtenidos se muestran en la tabla A.1.

Tabla A.1 – Contenido de agua en café tostado

Número de laboratorios considerados después de eliminar valores atípicos	9
Promedio del contenido de humedad (%) (m/m)	4.21
Desviación estándar de la repetibilidad (s_r)	0.050 6
Coefficiente de variación de repetibilidad (%)	1.2
Repetibilidad 2.83 (s_r)	0.14
Desviación estándar de la reproducibilidad (s_r)	0.086 6
Coefficiente de variación de reproducibilidad (%)	2.5
Reproducibilidad 2.83 (s_r)	0.24

México, D.F., a

El Director General, **ALBERTO ULISES ESTEBAN MARINA**.- Rúbrica.