



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-V-040-1972

**METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE
AZUCAR, PREVIA INVERSION EN PULQUE**

*SUGAR DETERMINATION - PREVIUOS INVERSION - IN PULQUE -
TEST METHOD*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE AZUCAR, PREVIA
INVERSION EN PULQUE

SUGAR DETERMINATION - PREVIUOS INVERSION - IN PULQUE - TEST
METHOD

1 *ALCANCE*

Esta Norma establece el método de prueba para la determinación de azúcar, previa inversión.

2 *APARATOS Y EQUIPO*

Bureta de 50 ml graduada en 0.05 ml.

Matraces aforados de 1000, 500 y 100 ml.

Matraz Erlenmeyer de 300 - 400 ml.

Vaso de precipitados de 400 ml.

Pipeta volumétrica de 25 ml.

Pipeta serológica de 2 ml.

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.

Mechero Bunsen.

Baño María con regulador de temperatura.

Tela metálica o de asbesto.

Parrilla con control de temperatura.

Material común de laboratorio.

3 *MATERIALES Y REACTIVOS*

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, ésta debe ser destilada.

Carborundum (SiC), perlas de vidrio u otro material inerte apropiado.

Lana de vidrio o papel filtro.

Acido clorhídrico (HCl) 12 N.

Solución acuosa de azul de metileno al 0.2 %.

Solución de Fehling (modificación Soxhlet).

Preparación de la solución.- Se mezclan volúmenes iguales de las soluciones de sulfato de cobre y tartrato doble de sodio y potasio, inmediatamente antes de usarse.

Solución de sulfato de cobre

Preparación de la solución.- Se disuelven 34.639 g de sulfato de cobre pentahidratado en agua destilada; se diluyen a 500 ml y se filtra a través de lana de vidrio o papel filtro.

Solución de tartrato doble de sodio y potasio (sal Rochelle)

Preparación de la solución.- Se disuelven 173 g de tartrato doble de sodio y potasio y 50 g de hidróxido de sodio en agua, se mezclan, se diluyen a 500 ml; la solución resultante se deja reposar 2 días y se filtra a través de Gooch preparado con asbesto.

Solución tipo de azúcar invertida.-A una solución de 9.5 g de sacarosa pura, se agregan 5 ml de ácido clorhídrico y se diluye aproximadamente hasta 100 ml con agua. Se guarda por varios días en un lugar cuya temperatura esté entre 12 y 15°C durante un tiempo aproximado de 7 días, o durante 3 días a una temperatura de 20 a 25°C. Después se completa a un litro.

Esta solución de azúcar invertida al 1% será estable por varios meses. Se neutraliza una parte alícuota con hidróxido de sodio y se diluye a la concentración deseada inmediatamente antes de usarse.

4 ESTANDARIZACION Y TITULACION

Se toma exactamente 2 ml de cada una de las soluciones que forman la solución de Fehling (modificación soxhlet); se introducen en un matraz Erlenmeyer de 300 - 400 ml de capacidad. Las cantidades de cobre difieren ligeramente y el método usado debe ser consistente tanto en la estandarización como en la determinación.

Se preparan tipos con la solución de azúcar invertido, de tal manera que se requieran no menos de 15 ml ni más de 50 ml para reducir totalmente el cobre; los miligramos de azúcar requeridos para la reducción total del cobre a diferentes concentraciones está dado (ver inciso 9.1.2.). Se agrega la solución tipo de azúcar en cantidades comprendidas entre 0.5 y 1 ml del total requerido; se calienta la mezcla a ebullición sobre una tela metálica y se mantiene en ebullición moderada durante 2 minutos (puede usarse carborundum o perlas de vidrio). Sin quitar de la flama se agrega 1 ml de una solución acuosa de azul de metileno al 0.2 %; se completa la titulación dentro de un tiempo total de ebullición de 3 minutos aproximadamente, con pequeñas adiciones de solución de azúcar hasta decoloración del indicador.

Se multiplican los mililitros empleados en la titulación por la concentración en mg/ml de la solución tipo para obtener todo el azúcar requerido para reducir el cobre. Se compara con los valores tabulados (ver inciso 9.1.2) para determinar las correcciones, si las hay, para ser aplicadas de las tablas correspondientes.

Las pequeñas desviaciones de los valores tabulados se deben a las variaciones en procedimiento individual o composición de los reactivos. Si solamente se requieren resultados aproximados entre $\pm 1\%$, la estandarización puede ser omitida con tal de que las especificaciones de los análisis sean rigurosamente observadas.

5 *PREPARACION DE LA MUESTRA*

Inversión

Se toman 100 ml de muestra libre de sedimentos; se colocan en un vaso de precipitados y se evapora a la mitad de su volumen. Se recuperan con 25 ml de agua y se transfieren a un matraz Erlenmeyer de 300 a 400 ml, cuidando que el volumen total no se exceda de 100 ml. Se agregan, mientras se agita, 10 ml de ácido clorhídrico (12 N), se calienta en Baño María a 60°C durante 10 minutos, agitando continuamente durante los primeros 3 minutos. Se enfría a temperatura ambiente se neutraliza con solución saturada de Hidróxido de sodio y se afora a 100 ml.

6 *PROCEDIMIENTO*

Se efectúa la titulación por el método diferencial agregando a la solución problema 10 ml de solución de Fehling (modificación Soxhlet) y solución tipo de azúcar invertida en cantidad menor a 1 ml de la necesaria para reducir el cobre. En adelante se procede de acuerdo a lo indicado para la estandarización del Fehling. Se hace una prueba en blanco de titulación en las mismas condiciones. La diferencia de volúmenes de solución tipo de azúcar invertida entre el blanco y el problema es equivalente al contenido de azúcar en el problema (ver inciso 9.1.3).

7 *CALCULOS Y RESULTADOS*

Los cálculos se efectúan por medio de la siguiente expresión:

$$A = \frac{(V_B - V_P) f \times 100}{M}$$

En donde:

A = mg de azúcar en 100 ml de muestra.

V_B = ml de solución tipo de azúcar gastados en el blanco.

V_P = ml de solución tipo de azúcar gastados en el problema.

f = concentración de la solución tipo de azúcar en mg/ml.

M = ml de muestra tomada.

8 *REPRODUCCION DE LA PRUEBA*

La reproducción de la prueba se determinará experimentalmente.

9 APENDICE

9.1 Observaciones

9.1.1 Para soluciones muy coloridas se debe efectuar la defecación de la bebida de la manera siguiente: se toma 100 ml de muestra ya invertida, se le agregan no menos de 250 mg de subacetato de plomo se agita vigorosamente y se deja reposar de 5 a 10 minutos; se filtra desechándose los primeros 20 ml del filtrado y de ésta solución límpida se procede a efectuar la determinación.

9.1.2 Las diferentes concentraciones de azúcar requerido para la reducción total del cobre está dado en las Tablas I y II (43.018 y 43.019) en las páginas 848 y 849 del A.O.A.C. Ed. 1970.

9.1.3 Como se desconocen las concentraciones aproximadas de azúcar en las muestras, se debe proceder con método de titulación por incrementos. Para 10 ó 25 ml de solución Soxhlet, se deben agregar 15 ml de la solución problema y se calienta hasta ebullición sobre tela metálica, se hierve durante 15 segundos aproximadamente y se agrega rápidamente más cantidad de solución problema hasta que casi desaparezca el color azul. Después se agrega 1 ml de la solución acuosa de azul metileno al 0.2 % y se completa la titulación con adiciones gota a gota de la solución hasta decoloración del indicador (el error resultante de esta titulación generalmente no será mayor de 1 %). Para mayor precisión repetir la titulación adicionando casi toda la solución problema requerida para reducir todo el cobre.

9.2 Bibliografía

9.2.1 Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists Ed. 1970.

México, D.F., Abril 3, 1972

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.



ING. JOSE M. ALCALA A..

Fecha de aprobación y publicación: Abril 13, 1972