



**SECRETARIA DE COMERCIO
Y
FOMENTO INDUSTRIAL**

NORMA MEXICANA

NMX-F-494-1986

**ALIMENTOS - LACTEOS - LECHE CONDENSADA AZUCARADA
DETERMINACION DEL CONTENIDO DE SACAROSA - METODO
POLARIMETRICO**

*FOODS - LACTEOUS - SWEETENED CONDENSED MILK
DETERMINATION OF SUCROSE CONTENT - POLARIMETRIC
METHOD*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

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

CAMARA DE PRODUCTOS ALIMENTICIOS ELABORADOS CON LECHE

COMPAÑIA NESTLE, S.A. DE C.V.

ALIMENTOS - LACTEOS - LECHE CONDENSADA AZUCARADA
 DETERMINACION DEL CONTENIDO DE SACAROSA - METODO
 POLARIMETRICO

FOODS - LACTEOUS - SWEETENED CONDENSED MILK
 DETERMINATION OF SUCROSE CONTENT - POLARIMETRIC
 METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma establece un método polarimétrico para la determinación de sacarosa en leche condensada azucarada. El método es aplicable a leche condensada azucarada preparada de leche entera, parcialmente descremada o descremada.

2 DEFINICION

Se entiende por contenido de sacarosa de la leche condensada azucarada, el contenido de sacarosa, expresada como porciento en masa, determinada por el método descrito.

3 PRINCIPIO

Tratamiento de la muestra con amoniaco, a modo de llevar la mutarrotación de la lactosa al equilibrio final. Neutralización, clarificación por adiciones sucesivas de acetato de zinc y hexacianoferrato (II) de potasio, seguido de una filtración. A una parte del filtrado determinarle la rotación óptica. En la otra parte del filtrado, inversión de la sacarosa (basado en el principio de Clerget) por una hidrólisis ácida moderada, dejando a la lactosa y otros azúcares virtualmente inafectados.

Determinación de la rotación óptica después de la inversión.

Del cambio en rotación óptica por la inversión, calcular el contenido de sacarosa.

4 REACTIVOS

Todos los reactivos mencionados deben ser grado analítico; cuando se indique agua, debe entenderse agua destilada o agua de pureza equivalente.

4.1 Acetato de zinc solución 2N.

Disolver en agua 21.9g de acetato de zinc dihidratado ($Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$) y 3 cm³ de ácido acético glacial y diluir a 100 cm³.

4.2 Hexacianoferrato (II) de potasio, solución 1N.

Disolver en agua 10.6g de hexacianoferrato (II) de potasio trihidratado ($K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$) y diluir a 100 cm³.

4.3 Acido clorhídrico solución a 6.35 ± 0.20 N (20-22% (m/m)).

4.4 Solución de amoniaco 2.0 ± 0.2 N (3.5 % (m/m)).

4.5 Acido acético, solución 2.0 ± 0.2 N (12 % (m/m)) de exacta normalidad.

5 APARATOS

- 5.1 Balanza analítica.
- 5.2 Vaso de vidrio de 100 cm³.
- 5.3 Matraces volumétricos de 200 cm³ y 50 cm³.
- 5.4 Pipetas de 20 cm³ ó 40 cm³.
- 5.5 Cilindros para medir, graduados, de 25 cm³.
- 5.6 Pipetas graduadas de 10 cm³.
- 5.7 Embudo de filtración de 8 a 10 cm de diámetro y papel filtro grado medio plegable, de 15 cm de diámetro.
- 5.8 Tubo del polarímetro, de 20 cm de longitud.
- 5.9 Polarímetro o sacarímetro.
 - 5.9.1 Polarímetro que use luz de sodio o luz verde mercurio (lámpara de vapor de mercurio con prisma o el especial Wratten Screen No. 77A) capaz de ser leído con precisión de por lo menos 0.05 grados angulares.
 - 5.9.2 Sacarímetro con escala internacional de azúcar, usando luz blanca pasando o través de un filtro de 15 mm de espesor de 6% de solución de dicromato de potasio, o luz de sodio, capaz de ser leído con precisión de por lo menos 0.1 grado de la escala internacional de azúcar.
- 5.10 Baño de agua, capaz de ser mantenido a una temperatura de 40°C y 60°C ± 1°C respectivamente.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Preparación de la muestra de ensayo

6.1.1 Muestras de producto recientemente elaborado en los cuales no es apreciable una separación de los componentes.

Abrir el contenedor, transferir todo el material adherido a la tapa al contenedor y mezclar hacia abajo con una cuchara de tal modo, que las capas superiores y el contenido de las esquinas inferiores sean mezcladas.

Cuando el producto esté en una lata, transferir el contenido a un frasco con tapa de cierre hermético.

6.1.2 Muestras de productos viejos en las cuales pueda esperarse separación de los componentes. Calentar en un baño de agua a 40°C hasta que la muestra haya alcanzado esta temperatura; abrir el contenedor y proseguir como 6.1.1. Cuando el producto está enlatado, transferir el contenido a un frasco; extraer todo el material adherido a las paredes y continuar el mezclado hasta que toda la masa esté homogénea, reduciendo el tamaño de cualquier gran cristal, partiéndolo con una varilla de vidrio. Cerrar el frasco con tapa de cierre hermético. Permitir que se enfríe.

6.2 Prueba de verificación

A modo de verificar el procedimiento, los reactivos y los aparatos, hacer una prueba de verificación por duplicado como se describe enseguida, sobre una muestra de 100g de leche entera (ó 110g de leche descremada) y 18.0g de sacarosa pura. Esta mezcla corresponde a 40.0g de leche condensada conteniendo 45% de sacarosa.

Calcular el contenido de azúcar por medio de la fórmula descrita en 7.1, usando en la fórmula (2) para m, G y P respectivamente, la cantidad de leche cuya masa se determina y el contenido de grasa y proteína de la misma leche, y en la fórmula (1) para m, el valor de 40.0.

La media del valor encontrado debe estar dentro del rango de $45 \pm 0.1 \%$ (m/m).

6.3 Determinación

6.3.1 Llevar a cabo dos determinaciones sobre la misma muestra de prueba.

6.3.2 Determinar con aproximación de 0.01g una muestra de prueba de aproximadamente 40g de la muestra bien mezclada contenida en el vaso de vidrio. Adicionar 50 cm³ de agua caliente de 80 a 90°C y mezclar bien.

6.3.3 Transferir la mezcla cuantitativamente a un matraz volumétrico de 200 cm³; enjuagar el vaso con sucesivas cantidades de agua a 60°C, hasta que el volumen total esté entre 120 y 150 cm³, mezclar y enfriar a $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

6.3.4 Adicionar 5 cm³ de solución amoniacal. Mezclar nuevamente y dejar reposar por 15 min, a $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

6.3.5 Neutralizar el amoniaco adicionando una cantidad estequiométrica equivalente de solución de ácido acético.

6.3.6 Adicionar mezclando cuidadosamente por rotación, en inclinando el matraz, 12.5 cm³ de solución de acetato de zinc.

6.3.7 En la misma forma que para la adición de acetato de zinc, adicionar 12.5 cm³ de la solución de hexacianoferrato (II) de potasio.

6.3.8 Llevar el contenido del matraz a 20°C y diluir a la marca con agua a 20°C.

NOTA: Hasta el momento, todas las adiciones de agua o reactivos debieron hacerse en tal forma que se evite la formación de burbujas de aire, y con el mismo objetivo, todas las mezclas deben hacerse por rotación e inclinando el matraz en lugar de agitarlo. Si se encuentran presentes burbujas de aire antes de la completa disolución a 200 cm³, éstas pueden ser removidas conectando por momentos el matraz a una bomba de vacío, y rotando el matraz.

6.3.9 Cerrar el matraz con un tapón seco y mezclar completamente con agitación vigorosa.

6.3.10 Permitir que el precipitado se sedimente por unos minutos y después filtrar la solución a través de un papel filtro seco, rechazando los primeros 25 cm³ del filtrado.

6.4 Polarización directa

Determinar la rotación óptica del filtrado a 20 ± 2°C.

6.5 Inversión

Pipetear 40 cm³ (dos porciones de 20 cm³ si no se dispone de pipeta de 40 cm³) del filtrado dentro de un matraz volumétrico de 50 cm³. Adicionar 6 cm³ de ácido clorhídrico.

Colocar el matraz en un baño de agua a 60 ± 1°C por 15 minutos; el matraz debe estar sumergido hasta la base del cuello. Mezclar por rotación el matraz durante los primeros 5 minutos, en dicho tiempo el contenido del matraz habrá alcanzado la temperatura del baño de agua. Enfriar a 20°C y diluir a la marca con agua a 20°C. Mezclar y permitir reposar por una hora a esta temperatura.

6.6 Polarización invertida

Determinar la rotación óptica de la solución invertida a 20 ± 2°C. (si la temperatura del líquido en el tubo de polarización difiere por más de 0.2°C de 20°C durante la medición, la corrección de temperatura referida en la nota 2 de 7.1 deberá ser aplicada).

7 EXPRESION DE RESULTADOS

7.1 Cálculos y fórmula

El contenido de sacarosa, S, de la muestra, expresada como porcentaje en masa, es igual a:

$$S = \frac{A - 1.25 B}{Q} \times \frac{V - \Delta V}{V} \times \frac{V}{L \times m} \quad (1)$$

Donde:

m = Es la masa de la muestra de prueba en gramos; (véase 6.3.2)

A = Es la lectura directa del polarímetro antes de la inversión; (véase 6.4).

B = Es la lectura del polarímetro después de la inversión; (véase 6.6.).

L = Es el largo, en cm, del tubo del polarímetro;

Q = Es el factor de división de la inversión (el valor está dado en 7.2)

V = Es el volumen en cm³, a lo cual la muestra es diluida antes de la filtración. (véase 6.3.8).

ΔV = Es la corrección, en cm³, por el volumen del precipitado formado durante la clarificación:

$$\Delta V = \frac{m}{100} (1.08 G + 1.55 P) \quad (2)$$

m = Es la masa de la muestra de prueba en gramos (véase 6.3.2).

G = Porcentaje de grasa en la muestra.

P = Siendo el porcentaje de proteína (6.38 veces el contenido de nitrógeno) en la muestra.

NOTAS.

1. Cuando se determinan exactamente 40g de la leche condensada azucarada y se usa el polarímetro con luz de sodio, grado angular y un tubo polarimétrico de 20 cm a $20.0 \pm 0.1^\circ\text{C}$, el contenido de sacarosa de leche condensada normal (por ejem., cuando C, definida en 7.2 es 9% (m/m) puede ser calculado con la siguiente fórmula:

$$S = (A - 1.25 B) (2.833 - 0.00612G - 0.00878 p)$$

2. Si la polarización invertida es medida a una temperatura

t, diferente de $20 + 0.2^\circ\text{C}$, el valor de B deberá ser multiplicado por:

$$1 + 0.0037 (T - 20)$$

y usar este valor correspondiente en los cálculos.

7.2 Valores para el factor de división "Q"

La siguiente fórmula da valores exactos para Q, para varias fuentes de luz con correcciones, donde sea necesario, para concentración y temperatura. Luz de sodio y polarímetro con escala en grados angulares.

$$Q = 0.8825 + 0.0006 (C - 9) - 0.0033 (T - 20)$$

Luz verde de mercurio y polarímetro con escala en grados angulares.

$$Q = 1.0392 + 0.0007 (c - 9) - 0.0039 (t - 20)$$

Luz blanca con filtro de dicromato o luz de sodio y sacarímetro con escala en grados internacionales de azúcar.

$$Q = 2.549 + 0.0017 (c - 9) - 0.0095 (t - 20)$$

Donde:

C = Es el porcentaje de azúcares totales en la solución invertida de acuerdo a la lectura polarimétrica.

t = Es la temperatura en grados celsius, de la solución invertida durante la lectura polarimétrica.

8 REPETIBILIDAD

La diferencia entre el resultado de dos determinaciones llevadas a cabo simultáneamente o en sucesiones rápidas por el mismo analista no debe exceder de 0.3g de sacarosa/100g de leches condensada azucarada.

APENDICE A

A.1 El porcentaje de azúcares totales C en la solución invertida puede ser calculado de la lectura directa y el cambio en la inversión de la manera usual, empleando los valores usuales para la rotación específica de sacarosa, lactosa y azúcar invertida.

La corrección 0.0006 (c-9) etc., es exacta sólo cuando C es aproximadamente 9; para leche condensada normal, esta corrección puede ser despreciada estando C muy cerca de 9.

A.2 Variación en temperatura de 20°C hace pequeñas diferencias en la lectura directa, pero variaciones de más de 0.2°C en la lectura de inversión necesita corrección. El factor de corrección dado en 7.1 es exacto sólo entre 18 y 22°C.

9 BIBLIOGRAFIA

ISO/2911 Sweetened Condensed milk Determination of Sucrose content Polarimetric method.

NMX-Z-013-1976 Guía para la redacción estructuración y presentación de las Normas Oficiales Mexicanas.

10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta Norma coincide totalmente con la Norma Internacional

ISO/2911 Sweetened condensed milk - Determination of sucrose content - Polarimetric method.

México, D.F., Diciembre 23, 1986
LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS



LIC. CONSUELO SAEZ PUEYO

Fecha de aprobación y publicación: Diciembre 23, 1986