

En el contrato de melaza que Comel efectúa con sus clientes se estipula la siguiente cláusula referente a la analítica:

Análisis: El análisis de azúcares como invertidos se hará por el método Eynon & Lane siguiendo las instrucciones del manual "The analysis of Molasses" de United Molasses, sección E.1 y F.1.

A continuación adjuntamos la traducción de estas secciones, extraídas de dicho manual, con objeto de unificar los criterios a la hora de evaluar la calidad de la melaza que entregamos en su fábrica.

Si le surge cualquier duda durante la lectura de este informe, estamos a su entera disposición en nuestras oficinas, o bien llamando al siguiente teléfono:

Tlf.- 91/5334818
Fax.- 91/5534994

Muchas gracias por su interés.

SECCIÓN D

PREPARACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE FEHLING

1. APARATOS

1.1 Los recipientes volumétricos de cristal deben ser de clase "A" (Reino Unido) o una precisión similar. Un calentador-iluminador UM u otro medio de calentar que cumpla los requisitos de calentamiento de la prueba, es decir, que sea capaz de calentar 75 cm³ de agua de temperatura ambiente a ebullición en 2,5 minutos \pm 5 segundos en presencia de unos 50 mg. de polvo de piedra pómez u otro coadyuvante de ebullición apropiado. Se considera que el agua está en ebullición cuando en su superficie comienzan a aparecer burbujas de vapor uniformemente.

1.2 Báscula Precisión 1 mg.

1.3 Recipiente para pesar apropiado

1.4 Cronómetro (1 hora) Debe indicar minutos y segundos

1.5 Matraces de ebullición Pyrex,
de forma redonda u otro diseño similar Capacidad: unos 400 cm³

1.6 Embudo de filtro del tamaño y el tipo apropiados

1.7 2 buretas provistas de espita Capacidad: 50 m³

1.8 Matraces volumétricos Capacidades:
100cm³, 200cm³, 250cm³, 1000cm³

1.9 Pipetas Capacidades:
20 cm³, 50 cm³

2. REACTIVOS

2.1 Sulfato cúprico, A.R. (en proporción adecuada)

2.2 Tartrato sódico potásico, A.R.

2.3 Hidróxido sódico, A.R.

2.4 Ácido hidroclorehídrico (concentrado)
Densidad 1,18 gr/cm³ A.R.

- 2.5 Ácido benzoico (reactivo de múltiples usos)
- 2.6 Solución de metileno azul 1 gr/100 cm³.
Se prepara disolviendo en agua 1 gr. de metileno azul (clase Redox) hasta conseguir un volumen de 100 cm³.
- 2.7 Sacarosa, A.R.
- 2.8 Solución de hidróxido de sodio (aproximadamente 1M)
- 2.9 Ácido clorhídrico (aproximadamente 0,5M)
- 2.10 Solución de fenolftaleína 1 gr/100 cm³. Se prepara disolviendo 1 gr. de fenolftaleína (calidad indicadora) en 60 cm³ de alcohol metílico industrial (alcohol de quemar) hasta conseguir un volumen de 100 cm³ con agua.

3. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES DE COBRE Y TARTRATO

3.1 Solución de cobre (Solución A)

Pesar 69,28 gr. de sulfato cúprico y disolverlo en agua suficiente. Trasvasar la solución, sin mermas, a un matraz volumétrico de un litro de capacidad. Alcanzar ese volumen a 20°C con agua y remover.

3.2 Solución de tartrato alcalino (Solución B)

Pesar 346,09 gr. de sal de Rochelle y 100 gr. de hidróxido de cobre por separado y disolver ambos en unos 500 cm³ de agua. Enfriar la solución y trasvasarla, sin mermas, a un matraz volumétrico de un litro de capacidad. Alcanzar ese volumen a 20°C con agua y remover.

- 3.3 Filtrar ambas soluciones con un medio filtrante inerte como, por ejemplo, cerámica porosa o vidrio sinterizado. A continuación, guardar las soluciones filtradas por separado en unos recipientes con espita adecuados.

4. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN INVERTIDA

- 4.1 Pesar 9,05 gr. de sacarosa y trasvasarla sin mermas a un matraz volumétrico de un litro de capacidad con la ayuda de 100 cm³ de agua \pm 5 cm³.
- 4.2 Añadir 5 cm³ de ácido clorhídrico concentrado a la solución de sacarosa, removiendo suavemente durante la incorporación del ácido. Cubrir la boca del matraz con un vaso de precipitados pequeño para impedir la entrada de materiales extraños, y dejar reposar el matraz durante un tiempo suficiente para conseguir por completo la inversión de la sacarosa. Ese tiempo dependerá de la temperatura. Por regla general, la inversión habrá finalizado después de un mínimo de ocho días a 20-25°C.

- 4.3 Diluir con agua la solución invertida hasta conseguir un volumen de unos 800 cm³. Disolver 2 gr. de ácido benzoico en unos 75 cm³ de agua hirviendo e incorporar la solución de ácido benzoico a la solución invertida. Por último, aumentar el volumen de la solución hasta un litro a 20°C y mezclar para producir una solución de azúcar invertido al 1% de volumen/agua. La incorporación del ácido benzoico impide la aparición de moho por lo que, guardando esta solución invertida en un recipiente con espita, la solución permanecerá estable durante mucho tiempo.
- 4.4 Preparar una solución invertida estándar al 0,25% volumen/agua introduciendo con una pipeta 50 cm³ de solución invertida al 1% en un matraz volumétrico de 200 cm³; añadir dos gotas de solución de fenoltaleína y suficiente solución de hidróxido de sodio 1M hasta obtener un color rosa pálido. Durante la incorporación del hidróxido de sodio hay que remover la solución con suavidad. El color rosáceo de la solución invertida se destiñe mediante la incorporación de una o dos gotas de solución de ácido hidroclorehídrico 0,5M. Por último, aumentar el volumen de la solución con agua y mezclar. Para neutralizar 50 cm³ de la solución invertida al 0,1% hacen falta unos 2,6 cm³ de hidróxido de sodio 1,0M. Este volumen se puede añadir mediante una bureta de 10 cm³ o una pipeta graduada.

5. ESTANDARIZACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE FEHLING

- 5.1 Ajustar el aparato calentador para que los 75 cm³ de agua que contiene el matraz de ebullición comiencen a hervir a temperatura ambiente en 2,5 minutos \pm 5 segundos. Para garantizar que la ebullición sea homogénea conviene añadir un poco de piedra pómez en polvo.

Si se está utilizando un calentador U.M., habrá que conectarlo como mínimo diez minutos antes de fijar los requisitos de calentamiento.

Una vez efectuados los ajustes en el aparato calentador, sea el que fuere, para obtener el nivel de calentamiento correcto, debe mantenerse en ese nivel durante todos los ensayos, independientemente del tipo de calentador de que se trate.

- 5.2 Aclarar y llenar una bureta de 50 cm³ con la solución invertida estándar al 0,25% volumen/agua y rellenar la otra bureta de 50 cm³ con agua.
- 5.3 Medir con una pipeta e introducir en un vaso de precipitados 50 cm³ de la solución de sulfato cúprico y 50 cm³ de solución de tartrato alcalino, y remover con suavidad. Si hay que realizar un alto número de ensayos, se puede emplear un volumen mayor como, por ejemplo, 500 cm³ de cada una. Al pipetar reactivos hay que adoptar precauciones. Para evitar accidentes, conviene utilizar un rellena-pipetas.
- 5.4 Pipetar 20 cm³ de la solución de Fehling mezclada en el matraz de ebullición y añadir con la bureta 15 cm³ de agua. A continuación, incorporar 39 cm³ de la solución invertida estándar de la bureta, hasta alcanzar un volumen total de 74 cm³. Añadir una pequeña cantidad de piedra pómez en polvo y remover las soluciones agitando suavemente el matraz.

- 5.5 Colocar el matraz sobre el aparato calentador y dejar que la solución alcance el punto de ebullición; a continuación, conectar el cronómetro y dejar que la solución hierva durante exactamente dos minutos. En ese momento, añadir cuatro gotas de solución de metileno azul. Si la solución no pierde el color azul, lo que debe ocurrir si la concentración de la solución de Fehling es la correcta, continuar el ensayo añadiendo lentamente la solución invertida de la bureta. Esta incorporación debe realizarse en pequeñas cantidades que deberán reducirse progresivamente, comenzando por añadir $0,2 \text{ cm}^3$, a continuación $0,1 \text{ cm}^3$ y, por último, incorporando gotas de la solución invertida.

El objetivo consiste en finalizar la dosificación transcurrido un minuto desde el momento en que se haya incorporado la solución de metileno azul; normalmente se acepta una variación de 5 segundos, lo que arroja un tiempo total de ebullición de $3,0 \text{ minutos} \pm 5 \text{ segundos}$. El punto final del ensayo lo marca la desaparición del color azul del tinte, que es sustituido por el color rojo del óxido cuproso precipitado.

Si es preciso, repetir el ensayo para llegar al punto final en el tiempo correcto.

Durante el ensayo no se debe retirar el matraz de la fuente de calor en ningún momento ni agitarlo para que la solución se mezcle mejor.

Si, tras incorporar la solución de metileno azul, el color azul se destiñe rápidamente, significará que la solución de Fehling es deficiente en cobre, por lo que habrá que abandonar el ensayo y comenzar desde el principio. En tal caso, comenzar el ensayo con 38 cm^3 de solución invertida y 16 cm^3 de agua, y seguir los pasos anteriores para determinar la concentración real de la solución de Fehling.

- 5.6 Obsérvese la dosificación. Si la solución de Fehling posee la concentración correcta, 20 cm^3 deben precisar de $40,0 \text{ cm}^3$ de la solución invertida y arrojar un volumen total de solución de 75 cm^3 .

Si la dosificación es inferior a $40,0 \text{ cm}^3$, la solución será deficiente en cobre. Si es superior a $40,0 \text{ cm}^3$, tendrá exceso de cobre. En ambos casos habrá que efectuar algún ajuste en la solución, bien añadiendo más sulfato de cobre, o bien diluyéndola con agua, lo que proceda.

Si la desviación de la concentración estándar no es demasiado grande, se puede permitir mediante el uso de un factor de corrección adecuado. Es aceptable el tramo $39,6 - 40,4$ con un factor de $0,99 - 1,01$.

Tras efectuar cualquier ajuste en la concentración de la solución de cobre, habrá que repetir el procedimiento de estandarización.

Si la solución de Fehling presenta la concentración correcta, 20 cm^3 equivaldrán a 100 mg . de azúcar invertida.

NOTAS

1. Muchos químicos que efectúan un gran número de determinaciones invertidas preparan una gran remesa de solución de Fehling mezclada y la dejan reposar unos días antes de la estandarización. La solución se comprueba con la solución invertida estándar cada aproximadamente tres días y la variación de concentración observada se compensa mediante la aplicación del factor.

Por lo general, tras varios días se habrá producido una ligerísima disminución en la concentración de la solución, y las verificaciones periódicas evitan la posibilidad de que se produzcan pequeños errores por este motivo.

2. En los laboratorios donde se realizan pocos ensayos, resulta aconsejable mantener unas existencias de las soluciones por separado y mezclarlas según convenga. En algunos casos, se puede mezclar las soluciones (A) y (B) en una cantidad suficiente para el trabajo de unos cuantos días.

3. Si las soluciones (A) y (B) se adquieren en un establecimiento de productos químicos, hay que realizar el procedimiento de estandarización 5.1 - 5.6 con el fin de corregir la concentración de la solución de Fehling, si es preciso.

4. Método rápido para preparar una inversión al 0,25%.

(a) Pesar 4,75 gr. de sacarosa y trasvasarla sin mermas a un matraz volumétrico de 200 cm³ con agua destilada.

(b) Disolver el azúcar en el matraz y elevar el volumen hasta el volumen a 20°C.

(c) Trasvasar 25 cm³ de la solución a un matraz de 250 cm³. De 6,34 cm³ de ácido clorhídrico, incorporar 5 cm³. Agitar el matraz durante tres minutos en un baño María para elevar la temperatura hasta 60°C, y dejar reposar al baño María durante otros doce minutos.

(d) Enfriar rápidamente el matraz (preferiblemente en un baño de hielo). Diluir la solución en 125 cm³ y añadir unas gotas de solución de fenoltaleína.

(e) La solución invertida se neutraliza con hidróxido de sodio 2M. La solución se acidifica ligeramente con dos gotas de ácido. El volumen se eleva hasta 250 cm³ a 20°C.

(f) La solución es una solución de azúcar invertida al 0,25%.

SECCIÓN E.1

CÁLCULO DE LOS AZÚCARES REDUCTORES (INVERSIÓN) EN LA MELAZA DE CAÑA. (MÉTODO VOLUMÉTRICO LANE-EYNON)

INTRODUCCIÓN

El contenido de inversión de la melaza de caña varía en función de su origen y, por lo general, se sitúa entre el 15% y el 25%, aunque algunas muestras de melaza poseen un contenido de inversión que se sitúa fuera del espectro indicado. La concentración de la solución del ensayo de melaza debe oscilar entre 25 cm³ y 50cm³, siendo equivalente la concentración a 100 mg de azúcar invertida.

Si se utiliza una solución de melaza al 1% volumen/agua, el contenido de inversión será de entre el 40% y el 20% sobre el espectro de dosificación indicado. De igual modo, una solución al 2% volumen/agua crea un espectro de inversión de entre el 20% y el 10%.

Conocer el contenido aproximado de inversión de la melaza permite preparar la concentración más apropiada para la solución. Elegir en principio una concentración errónea supondría la preparación de una nueva solución.

Para favorecer la precisión, es preferible trabajar en el nivel superior de dosificación en lugar de en el extremo inferior del espectro, es decir, más cerca de 40 cm³ que de 25 cm³.

La utilización de una solución de melaza al 1,5% cubre la mayoría de los tipos de melaza de caña con un espectro aproximado de entre el 27% de inversión y el 13,3%, y crea un nivel de dosificación razonable. No obstante, en el análisis de la melaza los requisitos habituales se refieren tanto a la inversión como al contenido total de inversión. Puesto que la manera más apropiada para comprobar este último es en una solución al 0,5% volumen/agua, es aconsejable preparar una solución al 1% o al 2% volumen/agua para la inversión antes de proceder a calcular el total de inversión. El empleo de una solución de melaza al 1,5% volumen/agua crea dificultades si se utiliza un matraz volumétrico estándar; no cabe duda de que se puede preparar una solución independiente al 0,5% para calcular el total de inversión, pero ello supondrá realizar más operaciones de pesado y diluido.

1. APARATOS

- 1.1 Los enumerados para la estandarización de las soluciones de Fehling.
- 1.2 Cilindro graduado. Capacidad: 10 cm³

2. REACTIVOS

- 2.1 Solución de Fehling estandarizada.
- 2.2 Solución de metileno azul 1 gr/100 cm³

- 2.3 Solución de sal disódica de EDTA 4 gr/100 cm³. La solución se prepara disolviendo 20 gr. de sal en agua suficiente para alcanzar un volumen de hasta 500 cm³.
- 2.4 Parafina líquida para que actúe de antiespumante, o cualquier otro antiespumante que no reduzca la solución de Fehling.

3. PROCEDIMIENTO

- 3.1 Pesar 10 gr. de melaza, \pm 2 mg, en un plato tarado limpio con la mayor rapidez posible.
- 3.2 Añadir a la melaza unos 15 cm³ de agua y remover a conciencia con una pequeña varilla de vidrio, y trasvasar la solución, sin mermas, a un matraz volumétrico de 200 cm³. Aclarar la varilla y el plato varias veces con agua e incorporar el agua resultante del aclarado al contenido del matraz.
- 3.3 Añadir agua suficiente para elevar el volumen hasta unos 190 cm³ y agitar el matraz para mezclar la solución. Por último, elevar el volumen hasta 200 cm³ a la temperatura adecuada y remover para obtener una solución de melaza al 5% volumen/agua.
- 3.4 Preparar una solución de melaza al 2% volumen/agua pipetando 100 cm³ de solución de melaza en un matraz volumétrico de 250 cm³ e incorporar 15 cm³ de la solución EDTA con la ayuda del cilindro graduado. Remover la solución hasta alcanzar el volumen y volver a remover a la temperatura adecuada.
- 3.5 Comprobar que aparato calentador está funcionando conforme a las condiciones indicadas y, a continuación, aclarar y rellenar la bureta con una solución al 2% volumen/agua. Tomar otra bureta, llenarla de agua y realizar el ensayo preliminar.
- 3.6 Pipetar 20 cm³ de solución de Fehling en el matraz de ebullición, introducir 25 cm³ de la solución de melaza y añadir una pequeña cantidad de piedra pómez en polvo.
- 3.7 Colocar el matraz sobre el aparato calentador, dejar que la solución alcance el punto de ebullición y añadir 4 gotas de solución de metileno azul. Si el color azul de la solución se destiñe, será señal de que la solución de melaza está demasiado concentrada y habrá que preparar una solución menos concentrada. En ese caso, preparar otra solución con una concentración de 1% volumen/agua pipetando 50 cm³ de la solución al 5% en el matraz volumétrico de 250 cm³ e incorporando 7,5 cm³ de solución EDTA antes de alcanzar el volumen total. A continuación, repetir el proceso desde el paso 3.5.

En caso de que persista el color azul de la solución, proceder con la dosificación añadiendo en principio cantidades de 2 cm³ de solución de melaza y reduciendo progresivamente las cantidades incorporadas hasta 0,2 cm³, tratando de llegar al punto final en aproximadamente un minuto desde el momento en que la solución comience a hervir. El punto final lo denota la desaparición del color azul y el hecho de que la solución adquiera el color que proporciona el óxido cuproso precipitado. Anotar la dosificación.

Si, tras incorporar 50 cm³, no ha desaparecido el color azul, el contenido de inversión será menor del 10%, por lo que habrá que preparar una solución de melaza menos concentrada y repetir el análisis.

- 3.8 Realizar un nuevo ensayo pero, esta vez, introducir en el matraz de ebullición 20 cm³ de solución de Fehling, el volumen de solución de melaza obtenido con la primera dosificación menos 1 cm³, y suficiente agua de la bureta para alcanzar un volumen de 74 cm³. Tras los dos minutos de ebullición, añadir las 4 gotas de metileno azul y concluir la dosificación añadiendo la solución de melaza, en principio en cantidades de 0,2 cm³, a continuación en cantidades de 0,1 cm³ y, por último, en gotas. La dosificación deberá haber concluido en un minuto \pm 5 segundos, por lo que el tiempo total de ebullición será de 3 minutos y 5 segundos. Anotar la dosificación.
- 3.9 Repetir el paso 3.8 para garantizar la precisión. En este ensayo, la cantidad de solución de melaza debe ser la dosificación del punto 3.8 menos 0,5 cm³ y la cantidad de agua debe rebajarse en 0,5 cm³ para obtener un volumen total, antes de la ebullición, de 74 cm³. Las cantidades añadidas de solución de melaza deben ser inferiores que las del punto 3.8. Emplear esta dosificación para calcular la solución invertida.

CALCULO

Debido a la presencia de sacarosa hay que incluir en el cálculo un factor de corrección. Ese factor varía en función de la cantidad de sacarosa que contenga la solución de melaza del ensayo. Para averiguar el factor que hay que utilizar no es preciso conocer el contenido de sacarosa de la melaza de caña con gran precisión. Bastará con presuponer que la melaza de caña contiene un 33% de sacarosa.

Gramos de sacarosa presentes en la solución del ensayo	Factor (F)
0,0	1,000
0,5	0,982
1,0	0,971
2,0	0,954
3,0	0,939
4,0	0,926
5,0	0,915
6,0	0,904
7,0	0,893
8,0	0,883
9,0	0,874
10,0	0,864

Estas cifras son las publicadas por I.C.U.M.S.A. Si se requiere un factor de corrección más preciso, se utiliza la versión ampliada de este cuadro. (Ver final del método).

Puesto que 20 cm³ de solución de Fehling equivalen a 100 mg. de azúcar invertida, el contenido porcentual de inversión es:

$$\frac{100}{T} \times \frac{100}{C} \times \frac{100}{1000} \times F$$

Lo cual se simplifica en:

$$\frac{1000 \times F}{T \times C}$$

Donde:

F= Factor de sacarosa del cuadro

C= Concentración de melaza de la solución (gr/100 cm³)

T= Dosificación (cm³)

Si, durante la estandarización de la solución de Fehling, se ha obtenido una dosificación distinta de 40,0 cm³ y se ha decidido efectuar una corrección para compensarlo, habrá que introducir otro factor en la fórmula indicada más arriba. Por ejemplo, si la dosificación ha sido de 39,90 cm³, el factor de Fehling sería:

$$\frac{39.90}{40.00} = 0.9975$$

Lo que crea una diferencia de 0,05% en la inversión al nivel del 20%.

NOTA

Debido al mayor nivel de inversión en la melaza de High Test (Test Superior), la concentración de la solución debe ser ajustada como proceda antes de la dosificación. Pesar 8 gr (± 2mg) de Melaza High Test. Trasvasarla a un matraz volumétrico de 200 cm³ y añadir agua destilada hasta obtener el volumen total a 20°C. Pipetar 50 cm³ de esta solución al 4% volumen/agua en un matraz volumétrico e incorporar 3 cm³ de solución EDTA. Elevar el volumen de la solución hasta unos 200 cm³ con agua destilada. Conseguir la alcalinidad exacta determinándola con papel de tornasol incorporando solución de carbonato sódico 1N y, por último, alcanzar el volumen total con agua destilada. El objeto del álcali consiste en inhibir una posterior inversión de la sacarosa mediante restos de invertasa residual. Rellenar la bureta con esta solución al 0,8% volumen/agua.

FACTOR DE CORRECCION DE INVERSION EXPANDIDA (20 cm³ FEHLING)

g Sacarosa en la mezcla	F	g Sacarosa en la mezcla	F
0.00	1.0000	3.00	0.9393
0.01	0.9986	3.10	0.9379
0.02	0.9978	3.20	0.9366
0.03	0.9972	3.30	0.9353
0.04	0.9966	3.40	0.9340
0.05	0.9960	3.50	0.9327
0.06	0.9955	3.60	0.9314
0.07	0.9950	3.70	0.9301
0.08	0.9946	3.80	0.9289
0.09	0.9941	3.90	0.9277
0.10	0.9937	4.00	0.9264
0.20	0.9900	4.10	0.9252
0.30	0.9869	4.20	0.9240
0.40	0.9841	4.30	0.9228
0.50	0.9816	4.40	0.9216
0.60	0.9792	4.50	0.9204
0.70	0.9770	4.60	0.9192
0.80	0.9748	4.70	0.9181
0.90	0.9728	4.80	0.9169
1.00	0.9708	4.90	0.9158
1.10	0.9689	5.00	0.9146
1.20	0.9670	5.10	0.9135
1.30	0.9652	5.20	0.9124
1.40	0.9635	5.30	0.9112
1.50	0.9617	5.40	0.9101
1.60	0.9601	5.50	0.9090
1.70	0.9584	5.60	0.9079
1.80	0.9568	5.70	0.9068
1.90	0.9552	5.80	0.9057
2.00	0.9536	5.90	0.9047
2.10	0.9521	6.00	0.9036
2.20	0.9506	6.10	0.9025
2.30	0.9491	6.20	0.9015
2.40	0.9477	6.30	0.9004
2.50	0.9462	6.40	0.8993
2.60	0.9448	6.50	0.8983
2.70	0.9434	6.60	0.8973
2.80	0.9420	6.70	0.8962
2.90	0.9406	6.80	0.8952
		6.90	0.8942

SECCION F-1**DETERMINACIÓN DE LOS AZUCARES TOTALES (INVERTIDOS) EN LA MELAZA DE CAÑA Y REMOLACHA DESPUES DE LA INVERSION (INVERSION TOTAL)
MÉTODO VOLUMÉTRICO LANE & EYNON****Contenido total de inversión de las melazas**

La inversión total de las melazas abarca por lo general entre el 50% y el 62%. La utilización de una solución de melaza con un contenido de agua sobre el volumen total del 0,5% permite un contenido total de inversión del 80% para una concentración de 25 cm³, hasta un 40% cuando la concentración es de 50 cm³.

En el caso de la melaza de caña, es cuestión de diluir una solución preparada con anterioridad con el fin de obtener la concentración de melaza requerida. Cuando se somete a prueba la melaza de remolacha es necesario empezar por preparar una solución con un 5% de volumen de agua que luego se diluye como en el caso de la melaza de caña.

1. APARATOS

Además del aparato que se utilice para la determinación de la inversión, se necesitan los siguientes elementos:

- 1.1 Baño de agua mantenido a $60^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$
- 1.2 Anillos de plomo u otros dispositivos de lastre para mantener el frasco de inversión en posición fija dentro del baño de agua.
- 1.3 Bureta capacidad 10 cm³

2. REACTIVOS

Se necesitan los siguientes reactivos además de los que se dan para la determinación de la inversión.

- 2.1 Ácido clorhídrico 6.34M con una densidad de 1,1029 g/cm³
Lo más conveniente es prepararlo diluyendo el ácido concentrado con un volumen igual de agua. Se debe determinar la densidad y hacer los ajustes precisos añadiendo más ácido o agua según las necesidades.
- 2.2 Solución de hidróxido de sodio 8 g/100 cm³ (aprox. 2M)
Se prepara pesando 80 g de hidróxido de sodio y disolviéndolo en unos 500 cm³ de agua. La solución se enfría, se traslada a un frasco volumétrico de 1 litro y se completa con agua hasta alcanzar el volumen requerido.
- 2.3 Ácido clorhídrico (aproximadamente 0,5M)
Se prepara diluyendo 1M de ácido clorhídrico con un volumen igual de agua, o bien diluyendo 3,9 cm³ del ácido concentrado por litro.

3. PROCEDIMIENTO

Preparación de solución de melaza invertida.

- 3.1 La solución de ensayo deberá tener una concentración de volumen de agua del 0,5% con respecto a la melaza.

Con la pipeta, medir 25 cm³ de la solución de melazas al 5% de volumen de agua, preparada inicialmente para la prueba de inversión, e introducir la solución en un frasco volumétrico de 250 cm³. Añadir 5 cm³ del ácido clorhídrico de 6,34M, procedente de la bureta de 10 cm³, y agitar suavemente para evitar que el ácido se concentre en determinados puntos de la solución.

- 3.2 Se sumerge a continuación el frasco en el baño de agua y se agita despacio durante 3 minutos, con el fin de elevar la temperatura de la melaza acidificada lo más rápidamente posible. El dispositivo de lastre (anillo de plomo) se coloca alrededor del cuello del frasco que se deja dentro del baño de agua durante otros 12 minutos. Durante ese período no debe permitirse que el frasco entre en contacto con ninguna parte de la superficie calefactora del baño de agua. Se incorporará al baño un dispositivo espaciador para evitar que pueda establecerse este contacto.

- 3.3 Sacar el frasco del baño y, tras quitarle el lastre, enfriar el contenido rápidamente colocando el frasco bajo el grifo del agua fría. Diluir la solución hasta aproximadamente 125 cm³ y añadir unas cuantas gotas de solución de fenoltaleína. A continuación, añadir una cantidad suficiente de solución de hidróxido de sodio (2M) para darle a la solución un color rojizo. La solución debe agitarse suavemente mientras se añade el álcali.

El color rojo de la solución se elimina posteriormente mediante la adición de unas gotas de ácido clorhídrico (0,5M).

- 3.4 Añadir 4,0 cm³ de la solución EDTA, mezclar bien y, por último, añadir agua, a la temperatura apropiada, hasta alcanzar el volumen, y mezclar. Esta solución equivale a una melaza de un 0,5% de volumen de agua.

4. VALORACIÓN (ANÁLISIS VOLUMÉTRICO) DE LA SOLUCIÓN DE MELAZA INVERTIDA

Seguir las instrucciones 3.5 a 3.9 de la sección E 1

CÁLCULO

El cálculo es similar al del punto 3.10 de la sección anterior, pero como la solución de prueba no contiene sacarosa, no se aplica ningún factor sacarosa.

La inversión total, en porcentaje, se obtiene mediante la fórmula:

$$\frac{1000}{0,5 \times T} \quad \text{ó} \quad \frac{2000}{T}$$

donde
y 0,5 representa la concentración de melaza (g/100 cm³)
T la valoración (concentración) en cm³

El comentario hecho sobre el factor de la solución de Fehling se aplica también en este caso. En vista del elevado nivel de inversión hallado en la prueba, el factor de Fehling se vuelve más importante. Una diferencia de 0,10 cm³ en la valoración de inversión pura sobre los 20,0 cm³ estipulados afecta al resultado total de inversión en cerca de un 0,15%.

Los resultados obtenidos a partir de la determinación tanto de la inversión inicial como de la total pueden utilizarse de distintas maneras según las necesidades.

Azúcares Totales Como Invertidos (T.S.A.I.)

Es el resultado que se obtiene directamente del análisis.

Azúcares Totales Como Sacarosa (T.S.A.S.)

Se obtiene este dato haciendo la siguiente operación:

$$(T.S.A.S.) = (T.S.A.I.) \times 0,95$$

Azúcares Totales Como sacarosa + Invertidos (T.S. Actual)

Otro término para expresar el resultado es el de "azúcares totales", que es la suma de la inversión y del contenido en "sacarosa". Se representa mediante la fórmula siguiente:

$$\% \text{ de azúcares totales} = 0,95 (\% \text{ de Inversión total} - \% \text{ de inversión inicial}) + \% \text{ de inversión}$$

Sacarosa

$$\text{Sacarosa} = (T.S.A.I. - \% \text{ de Inversión inicial})$$

NOTA

Debido al mayor nivel de inversión total después de la hidrólisis, en melazas "High Test", el proceso de preparación de la solución debe modificarse de la siguiente forma.

Medir con una pipeta 25 cm³ de una solución 4% de volumen de agua, de melaza "High Test", originalmente preparada para la determinación directa de la inversión, y preparada esta como en el caso de la melaza de caña (3.1 - 3.3), excepto que 2 cm³ de la solución EDTA serán añadidos antes de la constitución final a volumen para que de la solución un 4% de volumen de agua, en la valoración.