

NMX-F-317-NORMEX-2013

Alimentos-Determinación de pH en Alimentos y Bebidas No Alcohólicas- Método Potenciométrico- Método de Prueba. FOODS- DETERMINATION OF pH IN FOODS AND BEVERAGES- POTENCIOMETRIC METHOD-TEST METHOD (Esta Norma cancela la NMX-F-317-S-1978).

0.0 INTRODUCCIÓN

pH es la abreviatura del término latino " pondus hydrogenium " (pondus=presión, hydrogenium=Hidrógeno).

Algunas soluciones presentaban sabores o sensaciones diferentes en el sentido del gusto, y se definió así un carácter ácido, básico o neutro para la gran variedad de soluciones existentes. El grado de acidez o alcalinidad queda definido por la concentración molar del ión H⁺. Cabe mencionar que la medición de pH es un caso de medición especial ISE(ion selective electrode).

Una de las magnitudes de medición más utilizadas es el pH, tanto a nivel de proceso como en el laboratorio esta determinación es fundamental para la caracterización del grado de acidez, neutralidad o alcalinidad del producto, sea líquido o semisólido. Medir pH es una manera indirecta de medir concentración del ión " hidronio " (H⁺).

Científicos como Sorensen, Nernst y Arrhenius ya precedían la existencia de iones y como éstos se disocian de moléculas cuando entran en solución acuosa. Fue así como empezó la evolución en el conocimiento del pH, Friedrich Wilhelm Ostwald alemán de nacimiento en el año 1887 realizó la primera medición eléctrica de la concentración del ion Hidrógeno. Cremer en (1906) descubrió que una diferencia de pH puede producir una diferencia de potencial a través de una membrana de vidrio. Sorensen (1909) sugirió la terminología pH. También desarrollo el electrodo de Hidrógeno para uso biológico. Hasselbach(1916) uso la terminología de Sorensen para la ecuación de Henderson de forma logarítmica: $pH=pK + \log(\text{HCO}_3^-/\text{dCO}_2)$. MacInnes and Dole (1929) perfeccionó la composición de vidrio para los electrodos de pH (más tarde conocido como 015 pH glass-Corning). Stow (1954) cubrió el electrodo de pH y de referencia con goma para hacer un electrodo más práctico de PCO₂, más tarde modificado y mejorado por Severinghaus.

1.0 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta Norma Mexicana establece los principios básicos o requerimientos para la determinación de pH en alimentos y bebidas no alcohólicas, por el método potenciométrico.

2.0 PRINCIPIO/FUNDAMENTO

La determinación se basa en medir la diferencia de potencial entre un electrodo de vidrio y uno de referencia los cuales pueden encontrarse por separado o en uno solo conocido como combinado, los cuales son colocados en la muestra o en la solución acuosa de la muestra. Esta diferencia de potencial se mide con un aparato de pH (potenciómetro) cuya función es balancear esta diferencia de tal manera que la respuesta a una temperatura dada, sea lineal a la concentración de iones Hidrógeno.

3.0 REFERENCIAS

Esta Norma Mexicana se complementa con las siguientes Normas Oficiales y Normas Mexicanas, vigentes o las que las sustituyan.

3.1 NMX-F-616-NORMEX-2005-Alimentos-Submuestreo de Alimentos y Bebidas no Alcohólicas para Métodos de Prueba- Método de Prueba.

3.2 NMX-F-315-1978-Determinación de la masa drenada o escurrida en alimentos envasados.

4.0 DEFINICIONES

4.1 pH

El pH es el inverso del logaritmo de la concentración de iones de Hidrógeno presentes en solución acuosa. Se expresa en unidades de pH, con una precisión mínima de 0.1 unidades de pH.

4.2 Material de Referencia

Material o sustancia en el cuál uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneos y bien definidos, para ser utilizadas para la calibración de aparatos, la evaluación de un método de medición o para asignar valores a los materiales.

4.3 Material de referencia certificado

Material de referencia acompañado de un certificado, en el cuál uno o más valores de sus propiedades están certificados por un procedimiento que establece trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cuál se expresan los valores de la propiedad y en la que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.

4.4 Trazabilidad

Propiedad del resultado de una medición o de un patrón, tal que éstos puedan ser relacionados con referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas ellas incertidumbres determinadas.

4.5 Pendiente (slope)

Control para ajustar el medidor de pH.

5.0 SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS

Cuando esta Norma Mexicana se haga referencia a los siguientes símbolos y abreviaturas se entiende por:

° C	grado Celsius
g	gramo
h	horas
L	litro
MR	material de referencia
MRC	material de referencia certificado
+/-	más o menos
mg	miligramo
mg/L	miligramo por litro
mL	mililitro
mS/m	milisiemens por metro
m	molar
nm	nanómetros
v	volumen

6.0 MATERIALES

- 6.1 Vaso de precipitado de 250 mL
- 6.2 Papel filtro, de filtración rápida
- 6.3 Embudo de plástico
- 6.4 Papel absorbente suave
- 6.5 Gendarme (aplicador con punta suave)
- 6.6 Agitador de vidrio
- 6.7 Barra magnética
- 6.8 Embudo de separación

7.0 REACTIVOS

Todos los reactivos que se emplean en la determinación deben ser grado reactivo. Cuando se indique agua, se debe entender a agua destilada grado III (ver Apéndice Normativo A).

7.1 Solución reguladora de pH 4

7.2 Solución reguladora de pH 7

7.3 Solución reguladora de pH 10

7.4 Biftalato de potasio (MR)

7.5 Fosfato Monobásico de Sodio (MR)

7.6 Fosfato Dibásico de Sodio (MR)

7.7. Tetraborato de Sodio Decahidratado ($\text{Na}_3\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$)

8.0 PREPARACIÓN DE SOLUCIONES BUFFER

8.1 Solución Buffer de pH 4 a 20 ° C y de pH 4.01 a 25 ° C

Secar el Biftalato Ácido de Potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) a 120 ° C durante dos horas, pesar 10.12 g y disolver en agua en un matraz aforado de 1 L. Completar hasta el aforo con agua y mezclar.

8.2 Solución Buffer de pH 6.88 a 20 ° C y de pH 6.86 a 25 ° C

Secar el Fosfato Monobásico de Potasio (KH_2PO_4) y Fosfato Dibásico de Sodio (Na_2HPO_4) a 120 ° C durante dos horas, pesar 3.388 g de Fosfato Monobásico de Potasio (KH_2PO_4), y 3.533 g de Fosfato Dibásico de Sodio (Na_2PO_4) y disolver en agua en un matraz aforado de 1 L. Completar hasta el aforo con agua y mezclar.

8.3 Solución Buffer de pH 9.18 a 25 ° C

Pesar y disolver 3.80 g de Tetraborato de Sodio Decahidratado ($\text{Na}_3\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) en agua y aforar en un matraz de 1L.

El Tetraborato de Sodio Decahidratado (Borax) no se debe secar. Estas soluciones deben prepararse con agua destilada y recién hervida durante 15 minutos y enfriada, lo anterior es para eliminar el CO_2 disuelto en el agua y evitar crecimiento microbiano.

Las soluciones amortiguadoras preparadas, se deben guardar en frascos de vidrio o de polipropileno, bien tapadas y prepararse cada mes.

NOTA: Se pueden utilizar soluciones buffer comerciales con certificado de análisis vigente o sales como: Biftalato de Potasio (MRC), Fosfato Monobásico de Sodio (MRC), Fosfato Dibásico de Sodio (MRC).

9.0 EQUIPOS E INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN

9.1 Potenciómetro o pH-metro con una precisión de al menos 0.01 unidades de pH, equipado con un electrodo de vidrio y un adecuado electrodo de referencia o combinado y /o con compensador de temperatura(ver punto seguridad en instrumentos).

NOTA: Comúnmente se utilizan la combinación de electrodos (de vidrio y de referencia).

9.2 Termómetro con una precisión de 1 ° C (ver punto seguridad en instrumentos).

9.3 Homogeneizador manual(mortero) o mecánico (ejemplo: licuadora o equivalente).

9.4 Balanza con sensibilidad de 0.1 mg 8(ver punto seguridad en instrumentos).

9.5 Agitador mecánico.

10.0 SUBMUESTREO

10.1 Realizar de acuerdo a lo establecido en la Norma NMX-F-616-NORMEX vigente. (Ver 3.0 referencias).

11.0 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Las muestras pueden consistir de un líquido, una mezcla de líquido y sólido, los que pueden diferir en acidez. Otras muestras podrán ser semisólidas o de carácter sólido. Las siguientes preparaciones para examinar pH se recomiendan para cubrir esta situación. Ver Apéndice Informativo B.

11.1 Productos líquidos

Mezclar cuidadosamente la muestra hasta su homogeneización con un agitador o espátula. Ajustar la temperatura a 20 ° C o 25 ° C \pm 1.0 ° C y determinar su pH como se indica en el punto 12.2.

11.2 Mezcla compuesta de Sólido y Líquido

11.2.1 Drenar el material del envase aplicando la Norma NMX-F-315 vigente (Ver 3.0 Referencias) y registrar los pesos de las porciones líquida y sólida, manteniéndolas separadas.

11.2.2 Para aquéllos productos en los que el líquido contenga aceite, separar la grasa. En un embudo de separación colocar el líquido y esperar hasta la separación de las fases. Separa la fase acuosa de la fase grasa. Esta última se elimina.

11.2.3 Ajustar la temperatura de la capa acuosa a $20 \text{ } ^\circ\text{C}$ ó $25 \text{ } ^\circ\text{C} \pm 1.0 \text{ } ^\circ\text{C}$ y determinar su pH como se indica en el punto 12.2.

11.2.4 Remover la porción sólida del tamiz y colocarla en una licuadora o mortero.

11.2.5 Añadir de 10 mL a 20 mL de agua destilada recientemente hervida por cada 100 g de producto, con objeto de formar una pasta uniforme. Ajustar la temperatura a $20 \text{ } ^\circ\text{C}$ ó $25 \text{ } ^\circ\text{C} \pm 1.0 \text{ } ^\circ\text{C}$ y determinar su pH como se indica en el punto 12.2.

11.2.6 Mezclar, para obtener una consistencia uniforme, la pasta anterior y la pasta acuosa separada según los incisos 11.2.1 y 11.2.2 en la misma proporción que aparecen en el producto. Ajustar la temperatura de la mezcla a $20 \text{ } ^\circ\text{C}$ ó $25 \text{ } ^\circ\text{C} \pm 1.0 \text{ } ^\circ\text{C}$ y determine su pH como se indica en el punto 12.2.

11.3 Muestras sólidas

Mezclar cuidadosamente la muestra hasta su homogeneización. Ajustar la temperatura a $20 \text{ } ^\circ\text{C}$ ó $25 \text{ } ^\circ\text{C} \pm 1.0 \text{ } ^\circ\text{C}$ y determinar su pH como se indica en el punto 12.2.

11.4 Muestras semisólidas

Mezclar la muestra para obtener una pasta uniforme. Adicionar cuando el caso lo requiera entre 10 mL y 20 mL de agua destilada recientemente hervida por cada 100 g de producto, ajustar la temperatura a $20 \text{ } ^\circ\text{C}$ ó $25 \text{ } ^\circ\text{C} \pm 1.0 \text{ } ^\circ\text{C}$ y determinar su pH como se indica en el punto 12.2.

12.0 PROCEDIMIENTO

12.1 Verificación previa al uso del equipo (Potenciómetro)

a) Ajustar la temperatura del equipo a $20 \text{ } ^\circ\text{C}$ ó $25 \text{ } ^\circ\text{C} \pm 1.0 \text{ } ^\circ\text{C}$.

NOTA: La temperatura es un factor muy importante en la determinación de pH, al realizar la compensación de temperatura el equipo realiza ajustes en la pendiente de la curva, por lo que se tendrá diferente pH a diferentes temperaturas. Se debe fijar la temperatura de medición en la muestra y en el equipo a fin de tener mediciones reproducibles.

b) Realizar la verificación al menos en dos puntos utilizando los materiales de referencia. Utilizar como mínimo dos soluciones buffer estándar (pH alrededor de 4 y otra con un pH cercano a 7) o a tres puntos con soluciones buffer pH 4, pH 7 y pH 9 ó 10, de valores 8 con dos decimales) de pH conocidos, a una temperatura de $20 \text{ } ^\circ\text{C}$ ó $25 \text{ } ^\circ\text{C} \pm 1.0 \text{ } ^\circ\text{C}$, dependiendo de la acidez del producto.

c) Revisar el valor de la pendiente ("Slope") del equipo.

Si la pendiente del equipo difiere de los valores reportados por el fabricante del equipo, se debe revisar el electrodo y hacer las correcciones en caso de ser necesario.

d) Enjuagar siempre el electrodo antes de efectuar cada medición, utilizar agua y retirar el exceso; si es posible enjuagar con un poco de la solución que se va a medir.

12.2 Medición de la muestra

Antes de iniciar el ensayo se debe tomar en cuenta los puntos 15.2 Medidas de seguridad.

12.2.1 Tomar una porción de la muestra ya preparada, mezclar bien con un agitador y ajustar su temperatura a $20 \text{ } ^\circ\text{C}$ ó $25 \text{ } ^\circ\text{C} \pm 1.0 \text{ } ^\circ\text{C}$, la cual debe ser igual a la temperatura a la que fue verificado el equipo medidor de pH.

12.2.2 Sumergir el (los) electrodo(s) en la muestra de manera que cubra perfectamente el diafragma. Medir el pH. Sacar el (los) electrodo(s) y lavar con agua.

NOTA: Para la prueba en serie o lote analítico, verificar la calibración del equipo medidor de pH con una o dos soluciones buffer por lo menos cada 30 min.

12.2.3 El valor del pH de la muestra se lee directamente en el equipo.

13.0 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

El valor de pH se reporta con al menos 0.1 unidades de pH y la temperatura de medición en la prueba en ° C. Para productos de más de un componente reportar el valor del pH de cada uno con al menos 0.1 unidades de pH y la temperatura de medición en la prueba en ° C.

Para productos de más de un componente reportar el valor del pH de cada uno con al menos 0.1 unidades de pH y la temperatura de medición en la prueba en ° C.

13.1 Consideraciones para la determinación o medición de la muestra

Una determinación es suficiente para los productos de la clase 1 y para la fase acuosa de las clases 4 y 4.

Hacer tres determinaciones el mismo punto de prueba homogeneizado de la clase 2 y 4 y en cada componente sólido de los productos de la clase 3.

Insertar el termómetro en la porción de la muestra (de los productos de la clase 1 y 2) o en la fase acuosa (de los productos de la clase 3 y 4). Leer la medida de la temperatura, a continuación, introducir los electrodos en la porción de la muestra.

Realizar las mediciones utilizando el procedimiento adecuado para el equipo empleado. Cuando la lectura se vuelva constante leer el pH directamente al más cercano a 0.1 unidades de pH, en la escala del equipo (12.2).

14.0 CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

14.1 Repetibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados independientes de prueba, obtenidos utilizando el mismo método, material de ensayo en el mismo laboratorio por el operador, y utilizando el mismo equipo en un corto intervalo de tiempo, no debe superar 0.15 unidades de pH.

14.2 Reproducibilidad

La diferencia máxima permisible en el resultado de pruebas efectuadas por duplicado, no debe exceder de 0.2 unidades de pH, en caso contrario se debe repetir la determinación.

15.0 SEGURIDAD

15.1 Seguridad para el analista

15.1.1 Usar bata dentro del laboratorio

15.1.2 Usar guantes resistentes a álcalis y ácidos

15.2 Seguridad en equipos e instrumentos

15.2.1 La balanza analítica debe tener constancia vigente de su calibración y verificación rutinaria (dentro del intervalo de trabajo).

15.2.2. El termómetro debe tener constancia vigente de su calibración dentro del intervalo de trabajo.

15.2.3 El potenciómetro debe tener constancia vigente de su verificación analítica.

15.3 Seguridad en electrodos

15.3.1 Para realizar la limpieza de los electrodos, enjuagar sucesivamente con acetona a temperatura ambiente, después con agua tibia y por último con agua a temperatura ambiente.

15.3.2 Para evitar la obstrucción y el envejecimiento de los electrodos, se sugiere limpiar los mismos de forma completa a intervalos regulares de acuerdo a las instrucciones del fabricante.

15.3.3 Revisar que la solución de KCl contenida en el electrodo no presente cristales ni burbujas y que ésta se encuentre en el nivel indicado.

15.3.4 Si no se utiliza el electrodo, este debe permanecer en la solución KCl (3M) o en el buffer de pH 4, no usar agua destilada, ya que esta por ser neutra obtiene los iones del buffer interno de la membrana, o lo que indique el fabricante.

16.0 APÉNDICE INFORMATIVO NORMATIVO A

Especificaciones del agua usada en un laboratorio analítico.

A.1 Definiciones

A.1. 1 Agua grado I.- Es el agua esencialmente libre de contaminantes coloidales iónicos y orgánicos disueltos y satisfactorio por los más severos requisitos analíticos incluso los de HPLC, la cual debe ser producida más allá del tratamiento para el agua Grado II 8por ejemplo ósmosis inversa o desionización,

seguida por filtración a través de una membrana con tamaño de poro de 0.2 μm para la remoción de materia específica o redestilación por medio de un aparato de sílica fundida).

A.1.2 Agua grado II.- Es el agua con muy poca cantidad de contaminantes inorgánicos, orgánicos o coloidales y es satisfactoria para los propósitos de sensibilidad analítica requerida, incluyendo la Espectrometría de Absorción Atómica y la determinación de constituyentes en trazas; la cual debe ser producida, por ejemplo: con destilación simple, o desionización u ósmosis inversa seguida de destilación.

A.1.3 Agua grado III.- Es el agua satisfactoria para la mayoría de los laboratorios que trabajan con reactivos para preparar soluciones, la cual debe ser producida, por ejemplo: por destilación simple, desionización u ósmosis inversa. A menos que por otra parte no se encuentre especificada, debe ser usada en trabajos analíticos ordinarios.

Para comprobar la calidad del agua a emplear se debe evaluar al menos dos parámetros y cumplir con las especificaciones que se indican en la siguiente tabla:

ESPECIFICACIONES DE AGUA			
PARÁMETRO	GRADO I	GRADO II	GRADO III
pH evaluado a 25 ° C inclusive el intervalo	No aplica	No aplica	5.0 a 7.5
Conductividad eléctrica, Ms/m a 25 ° C. máximo	0.01	0.1	0.5
Contenido de oxígeno (mg/L) máximo	No especificado	No especificado	No especificado
Absorbancia a 254 nm y 1 cm de longitud óptica de camino, unidades de absorbancia, máximo	0.001	0.01	No especificado
Contenido de Silicio (SiO ₂) (mg7L), máximo	0.01	0.02	No especificado

FUENTE: International Standart ISO 3696

17.0 BIBLIOGRAFÍA

17.1 NMX-F-317-S-1978- Determinación de pH en Alimentos.

17.2 AOAC Official Methods of Analysis-Association of Official Analytical Chemists Method 981.12 pH OF Acidified Foofs Official Methods of Analysis of AOAC International, Chapter 42,42.1.04 Page 2, 18 th Edition, 2010.

17.3 NMX-Z-013/1-1977- Guía para la redacción, estructuraci´on y presentación de las Normas Mexicanas.

17.4 ISO 3696:1987. Water for analytical laboratory use specifications and test methods.

18.0 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma no coincide con la norma internacional ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use specification and test methods y no es posible concordar con el concepto internacional porque solamente se tomó de esta Norma Internacional las definiciones de gardos de agua y la tabla de especificaciones del agua usada en un laboratorio analítico, que corresponde al Apéndice Normativo A de esta Norma Mexicana.

APÉNDICE INFORMATIVO B

Clasificación de Alimentos en clases para Procedimiento de Determinación de pH

Clase	Tipo de producto	Consideraciones para la porción de prueba en la medición
1	<p>Productos homogéneos líquidos (líquido-líquido), como son leche, jugos, néctares.</p> <p>Productos con gran cantidad de líquido y sólidos (líquido-sólido), como son sopas.</p> <p>Productos espesos de consistencia densa de textura gruesa(semilíquido), como puré de tomate, postres de crema</p>	<p>Medir directamente sobre la muestra considerada lo más homogénea en su contenedor.</p> <p>En el caso de contenedores de gran tamaño(más de 5 litros), llevar a cabo las mediciones en un testigo de muestra de al menos 200 g.</p>
2	<p>Productos homogéneos (emulsiones), como ejemplo mayonesa.</p> <p>Productos heterogéneos (sólidos, semisólidos) como conservas de carne, paté.</p> <p>NOTA: En algunos casos, para obtener una mayor fluidez, se puede añadir de 10 mL a 20 mL de agua destilada a 100 g de producto. La pequeña cantidad de agua adicionada a la muestra no cambia el pH de la mayoría de los productos, pero se debe prestar especial atención a los productos con una baja capacidad de solución buffer.</p>	<p>Medir en la muestra homogeneizada</p>
3	<p>Productos heterogéneos con gran cantidad de componentes sólidos (líquido-sólido) como frijoles charros, col fermentada, verdura en conserva, carne en conserva.</p> <p>NOTA: Separar cada clase de componentes principales (por ejemplo, verduras, carne) de la muestra constituida por los productos enteros. Si es necesario homogeneizar cada clase por separado</p>	<p>Llevar a cabo mediciones en cada clase de las principales componentes de la muestra o para los grandes contenedores en una muestra representativa o de un componente principal de la muestra representativa, después de la homogeneización si es necesario.</p> <p>Por cada componente y de acuerdo a sus propiedades, hacer una determinación independiente.</p> <p>En la fase acuosa o líquida y componentes sólidos (por ejemplo, piezas de carne y embutidos</p>
4	<p>Productos cuya fase líquida principalmente es oleosa, como aceites.</p> <p>NOTA: Una vez abierto el envase, en el laboratorio transferir la fase líquida del producto con un embudo de separación. Recoger la fase acuosa y eliminar la fase de aceite</p>	<p>Medir en la fase acuosa o en el homogeneizado</p>

