

**METODO ANALITICO PARA DETERMINACION DEL GRADO DE SUSTITUCIÓN EN EL PRODUCTO (MÉTODO A.S.T.M.)**

CODIGO DEL DOCUMENTO  
**CK-G06**

EDICION No.  
**05**

FECHA DE EMISION  
**Jul. 15, 2005**

PAGINA  
**1 de 3**

**1.0 Objetivo.**

Establecer los pasos a seguir para ejecutar la prueba del grado de sustitución (D.S.) en el producto, según el método A.S.T.M. "A"

**2.0 Campo de Aplicación.**

Este método es aplicable para el producto en proceso y para el producto terminado que resulta del proceso de fabricación de CMC y/o PAC.

**3.0 Documento de referencia.**

A.S.T.M., D-1439-03 (American Society for testing and materials)

**4.0 Responsabilidades.**

Del Responsable de Aseguramiento de Calidad de verificar el cumplimiento de este documento.

De los Técnicos Analistas responsables de llevar a cabo el método como se indica en este documento e informar al responsable de aseguramiento calidad, al responsable de producción y al responsable de desarrollo, cualquier desviación que se llegue a presentar.

**5.0 Terminología.**

Grado de Sustitución(D.S.):

Representa el número de los grupos carboximéticos que se encuentran en la unidad molecular del glucosio.

**6.0 Procedimiento**

**6.1 Preparación de la muestra.**

Se toma una muestra de 300g del producto a evaluar se homogeniza en una bolsa, posteriormente se toma la cantidad requerida para la prueba

**6.2 Preparación del equipo, material y reactivos.**

- Agitador magnético
- Parrilla de calentamiento
- Estufa a 105°C ±3°C
- Balanza analítica
- Filtro gooch "C" de 30 ml.
- Desecador (con silica gel azul)
- Vaso de precipitado de 250 ml.

<b>EMITE</b>	<b>REvisa</b>	<b>APRUEBA</b>
FFJ / PVR Técnico analista	LAC Responsable de desarrollo	JGF Responsable de aseguramiento calidad

**METODO ANALITICO PARA DETERMINACION DEL GRADO DE SUSTITUCIÓN EN EL PRODUCTO (MÉTODO A.S.T.M.)**

CODIGO DEL DOCUMENTO  
**CK-G06**

EDICION No.  
**05**

FECHA DE EMISION  
**Jul. 15, 2005**

PAGINA  
**2 de 3**

- Matraz erlenmeyer de 250ml.
- Bureta de 25ml.
- Alcohol etílico a 80°GL
- Metanol anhidro
- Acido clorhídrico 0.3N ±0.02
- Hidróxido de sodio 0.3 ±0.02
- Acido nítrico concentrado
- Reactivo de difenil amina  
(0.5 g de difenil amina en 120 ml. de ácido sulfúrico)
- Pizeta de Agua destilada
- Pipeta volumetrica de 25 ml
- Perilla automatica
- Fenolftaleina

- 6.3. Pesar 4 g. de muestra en un vaso de precipitado de 250 ml. y añada 75 ml. de alcohol etílico al 95%. Agite la muestra, por 5 min. Luego añada 5 ml. de ácido nítrico y colocarla en la parrilla hasta ebullición, teniendo cuidado de no quemarla. Quite la muestra de la parrilla y continúe la agitación durante 10 minutos.
- 6.4. Decantar el líquido superior y pasar el precipitado a través del filtro, aplicando vacío, poniendo 150ml. de alcohol etílico al 80% (60°C). Lave el vaso de precipitados y el precipitado con el alcohol etílico al 80% a 60°C para remover todo el ácido de la muestra.
- 6.5. Se darán los lavados necesarios con alcohol etílico al 80% y 60°C, para obtener en la prueba negativa con difenilamina, que es ausencia de nitritos (en total cinco lavados son suficientes en casi todos los casos). En cada lavado se debe mantener en agitación la muestra por 10 minutos.
- 6.6. La prueba de difenilamina se realiza con una porción del precipitado, se toma con la espátula, agregando una gota de difenilamina el resultado es positivo cuando se presenta una coloración azul (presencia de nitritos) y es negativo cuando no hay coloración(ausencia de nitritos).
- 6.7. Lavar el precipitado con una pequeña cantidad de metanol anhidro y aplique vacío hasta que se remueva todo el alcohol, secar el filtro durante 3 horas a 105°C, enfríe en un secador por media hora.
- 6.8. Pesar de 1 a 1.5g de ácido de la carboximetil celulosa seca en un matraz de 250 ml. añada 100 ml. de agua y 25 ml de hidróxido 0.3N con agitación, caliente a ebullición y mantenga esta de 15 a 20 minutos.
- 6.9. Titular con la solución de ácido clorhídrico (HCl) 0.3N (la solución a titular debe estar caliente), agregar unas gotas de indicador de fenolftaleina, el punto final de la titulación es cuando se observa él vire de rosa mexicano a incoloro.

**6.10. Cálculos.**

Para calcular el grado de sustitución, se utiliza la siguiente expresión matemática:

$$A = \frac{BC - DE}{F} \quad \text{Grado de Sustitución} = \frac{(0.162) \times A}{1 - (0.058 \times A)}$$

**METODO ANALITICO PARA DETERMINACION DEL GRADO DE SUSTITUCIÓN EN EL PRODUCTO (MÉTODO A.S.T.M.)**

CODIGO DEL DOCUMENTO

**CK-G06**

EDICION No.

**05**

FECHA DE EMISION

**Jul. 15, 2005**

PAGINA

**3 de 3**

Donde:

- A = Miliequivalentes de ácido consumido por gramo de muestra  
B = Mililitros de hidróxido de sodio añadido  
C = Normalidad del hidróxido de sodio.  
D = Mililitros de ácido clorhídrico consumido.  
E = Normalidad del ácido clorhídrico.  
F = Gramos de muestra utilizada  
162 = Peso molecular de la unidad anhidroglucosa.  
58 = Aumento neto en el peso molecular de la unidad anhidroglucosa para cada grupo carboximetil sustituido.