

I. Disposiciones generales

PRESIDENCIA DEL GOBIERNO

16116 *Métodos Oficiales de Análisis de Aceites y Grasas, Cereales y Derivados, Productos Lácteos y Productos Derivados de la Uva, establecidos por Orden de 31 de enero de 1977. (Continuación.)*

42.4. Procedimiento.

Pesar, en el vaso de precipitado de la muestra bien homogeneizada por agitación, un kilogramo de alpechín (42.6.2.).

Trasvasar a la ampolla de extracción de un litro y medio, lavando con pequeñas cantidades de agua destilada, con objeto de arrastrar los restos de alpechín que puedan quedar en el vaso. Medir 150 ml de éter de petróleo y verterlos en el vaso de precipitado, cuidando de que lave bien las paredes y fondo del vaso. Pasar a la ampolla de extracción y agitar fuertemente, tomando las precauciones necesarias. Dejar reposar el tiempo suficiente para que se separen perfectamente la capa de éter de petróleo del alpechín (42.3.3.).

Pasar la capa de alpechín al vaso de precipitado. Trasvasar la solución de éter de petróleo por la parte superior de la ampolla de extracción a una segunda ampolla de un litro de capacidad, en la que se han introducido previamente unos 200 ml de agua destilada, cuidando de no arrastrar restos de alpechín.

Repetir la extracción del alpechín dos veces más, como mínimo (ver 42.6.4.). Las tres fracciones de éter de petróleo reunidas en la segunda ampolla se lavan con agua destilada por agitación.

Repetir los lavados, si es necesario, hasta que el agua destilada decantada no presente coloración.

Una vez separada el agua del último lavado, se añade una pequeña cantidad de sulfato sódico anhidro a la solución de éter de petróleo, agitando y dejando reposar media hora, como mínimo. Se filtra sobre el matraz de 250 ml, previamente mantenido dos horas en estufa a 105° C, enfriado en desecador y tarado, hasta ocupar la mitad del matraz; se destila el éter volviendo a filtrar otra porción de éter de petróleo, que se destila seguidamente, repitiendo sucesivamente estas operaciones hasta agotar la totalidad existente en la ampolla, que se enjuaga con 20 ó 25 ml de éter de petróleo, que se adicionan también al matraz.

Una vez terminada la destilación, se introduce el matraz en una estufa regulada a 105° C, en la que se mantiene durante dos horas. Dejar enfriar en un desecador y pesar con precisión de miligramo.

42.5. Cálculos.

El tanto por ciento de grasa se obtendrá mediante la fórmula:

$$\% \text{ de grasa} = \frac{P_2 - P_1}{P_0} \times 100$$

en la que:

P_2 = peso en gramos del matraz con el aceite.

P_1 = peso en gramos del matraz vacío y desecado.

P_0 = peso en gramos de la muestra de alpechín.

42.6.1. Se puede sustituir el éter de petróleo, sin variación sensible en los resultados, por el hexano técnico.

42.6.2. En algunas muestras de alpechín, especialmente los de elevado contenido de grasa, resulta prácticamente imposible conseguir una homogeneización adecuada por simple agitación en el recipiente. En estos casos es aconsejable agregar una cantidad aproximada de 0,1 g de «Tween 80» por litro de muestra, provocándose una emulsión que facilita la homogeneización y toma de una muestra representativa, sin afectar prácticamente los resultados cuantitativos.

42.6.3. Las emulsiones persistentes que puedan originarse ocasionalmente pueden hacerse desaparecer añadiendo pequeñas cantidades de alcohol etílico.

42.6.4. En alpechines ricos en materia grasa, es aconsejable realizar mayor número de extracciones.

42.7. Referencia.

1. Instituto de Racionalización del Trabajo. Una Norma Española 55.114.

ANEXO II

MÉTODOS DE ANÁLISIS DE CEREALES Y DERIVADOS

1. DETERMINACION DEL INDICE DE MATERIAS CELULOSICAS

1.1. Principio.

Las «materias celulósicas» representan las sustancias no digeribles de origen vegetal que constituyen el residuo que queda después de un ataque ácido en condiciones bien definidas, con una mezcla de ácido acético, ácido nítrico y ácido tricloroacético. Después de hervir la muestra con la mezcla de ácidos se separa el residuo insoluble, se seca y se incinera.

El índice de materias celulósicas se calcula mediante la pérdida de masa en el curso de la incineración.

La aproximación debe ser del 0,1 por 100.

1.2. Material y aparatos.

1.2.1. Molino de laboratorio (se puede emplear cualquier tipo, excepto de bolas).

1.2.2. Matraces cónicos erlenmeyer de 200 ó 300 ml de boca normalizada.

1.2.3. Refrigerador de reflujo, de boca normalizada.

1.2.4. Mechero Bunsen.

1.2.5. Tela metálica con amianto o placa de material refractario.

1.2.6. Soporte de tripode o aparato análogo.

1.2.7. Matraz de vacío con tulipa (Kitasato).

1.2.8. Agitadores de vidrio. Un agitador de vidrio revestido de caucho en la extremidad.

1.2.9. Crisol filtrante de cuarzo o de vidrio (porosidad de 40 a 90 mm).

1.2.10. Placas filtrantes de porcelana que cubran totalmente la superficie filtrante.

1.2.11. Trompa de agua.

1.2.12. Desecador conteniendo silicagel coloreado en azul (diámetro aproximado 25 cm).

1.2.13. Balanza de precisión (sensibilidad 0,1 mg).

1.2.14. Estufa.

1.2.15. Horno eléctrico para incineración.

1.2.16. Placa de material refractario.

1.2.17. Cartuchos deshidratantes de silicagel coloreado de azul.

1.3. Reactivos.

1.3.1. Ácido acético al 70 por 100 d. a 20° C = 1,07 (730 g de ácido acético glacial del 98 por 100 diluido hasta 1.000 g con agua destilada).

1.3.2. Ácido nítrico concentrado, d. a 20° C = 1,4.

1.3.3. Ácido tricloroacético, p.p.a. cristalizado.

1.3.4. Acetona pura.

1.3.5. Eter etílico puro.

1.3.6. Arena de mar, diámetro inferior a 0,5 mm.

1.3.7. Fragmentos de tierra cocida (platos porosos machacados), diámetro de 0,5 a 2 mm.

1.4. Procedimiento.

1.4.1. Preparación de la solución ácida para la hidrólisis: Mezclar 900 ml de ácido acético con 60 ml de ácido nítrico y 24 g de ácido tricloroacético (d. 20° C = 1,10).

1.4.2. Preparación de la arena de mar y de los crisoles.

Hacer hervir la arena de mar con ácido clorhídrico (4N) para eliminar el hierro, lavar con agua destilada para eliminar el cloruro y calcinar a 550° C durante seis horas. Preparar las placas de porcelana y el polvo de tierra cocida de la misma forma.

Antes de la primera utilización de los crisoles filtrantes de cuarzo o vidrio, limpiarlos cuidadosamente e incinerarlos duran-

te seis horas a 550° C. Para evitar tensiones en la parte inferior deslustrada, colocar los crisoles filtrantes de vidrio en el horno de incineración frío y no retirarlos hasta después de enfriarlo alrededor de 200° C. Los crisoles de cuarzo no experimentan tensiones y se pueden poner o sacar con toda seguridad en el horno caliente.

Introducir en los crisoles filtrantes de 5 a 6 g de arena de mar. Igualar la superficie. Introducir a continuación de 4 a 5 g de polvo de tierra cocida e igualar del mismo modo la superficie. Colocar a continuación la placa filtrante de porcelana encima de estas dos capas y apretar ligeramente. Se puede utilizar de nuevo el crisol así preparado, sin limpieza especial, pero es necesario verificar la permanencia de las capas.

1.4.3. Preparación de las muestras a ensayar.

Triturar la muestra de forma que el 95 por 100 del producto pase a través de un tamiz de 1,0 mm. Solamente para algunas sustancias fibrosas, tales como los granos de avena, no se alcanza tal grado de finura.

Está prohibido el empleo de molinos de bolas.

1.4.4. Cantidad inicial de la muestra a ensayar.

La cantidad de muestra a tomar depende del contenido en materias celulósicas del producto de forma que se obtenga finalmente una masa de materias celulósicas entre 50 y 150 mg. Para un producto que contenga materias celulósicas en cantidad inferior al 5 por 100, tomar 3 g de sustancia y utilizar 60 ml de solución ácida; para un contenido en materias celulósicas elevado, hacer hervir 102 g de materia en 40 ml de mezcla disolvente.

1.4.5. Dosificación.

Pesar la muestra a ensayar triturada y ponerla en suspensión en el matraz cónico erlenmeyer con un tercio de la solución ácida que debe corresponder a 20 veces el peso de la muestra. Deshacer los grumos con un agitador de vidrio que debe permanecer en el erlenmeyer. Lavar cuidadosamente la pared del erlenmeyer con el resto de la solución ácida para que no quede ninguna partícula de la sustancia adherida a la pared. Para evitar que la sustancia suba a lo largo de las paredes, acoplar cuidadosamente el erlenmeyer con el refrigerador de reflujo. Calentar de forma que se alcance la temperatura de ebullición en tres minutos. Regular la llama del mechero Bunsen para que la altura de la espuma formada no sobrepase 10 mm. Mantener la ebullición de la muestra durante 30 minutos exactamente, sin agitar el frasco ni la suspensión.

Filtrar a continuación bajo vacío la suspensión en ebullición con ayuda de una trompa de agua y a través del crisol filtrante preparado. Regular el vacío para asegurar la filtración continua. Lavar el erlenmeyer y el agitador de vidrio con agua destilada y caliente (de 70 a 80° C) y trasvasar totalmente los residuos de materias celulósicas en el crisol filtrante con ayuda de un agitador revestido de caucho. Son necesarios, para un lavado cuidadoso y rápido, de 300 a 400 ml de agua destilada y caliente para obtener la reacción neutra (comprobar con papel tornasol en el agua de lavado filtrada).

Inmediatamente después del lavado, vaciar el matraz de vacío. Llenar el crisol filtrante tres veces con acetona y dejar filtrar sin ayuda del vacío (pero si el filtrado es demasiado lento, aspirar ligeramente sin sobrepasar la velocidad de una gota por segundo). Lavar a continuación dos veces con éter etílico y aspirar fuertemente los vapores residuales de éter. Secar previamente los crisoles filtrantes durante algunos minutos y pesarlos aproximadamente.

Secar los crisoles filtrantes en una estufa calentada a 130° C durante 60 minutos exactos, introducir a continuación cuatro crisoles como máximo en un desecador y dejarlos enfriar algunos minutos antes de poner la tapa. Dejar enfriar el desecador cerrado durante una hora al lado de la balanza. En el transcurso del enfriamiento y de la pesada, colocar dos cartuchos deshidratantes de silicagel en la balanza de precisión. Pesar rápidamente (es por lo que hay que conocer previamente el peso de los crisoles llenos antes del secado).

Calcinar los crisoles filtrantes de cuarzo en el horno eléctrico previamente calentado a 550° C, durante 30 minutos, colocarlos a continuación sobre una placa refractaria durante cinco minutos por lo menos, para que se enfrien hasta 100° C, aproximadamente. Introducir de nuevo cuatro crisoles como máximo en un desecador, dejándolos enfriar al lado de la balanza durante una hora exactamente y pesar rápidamente.

Si se emplean crisoles filtrantes de vidrio, ponerlos en el horno frío, a fin de evitar las tensiones en la parte inferior deslustrada. Después de alcanzar la temperatura de 550° C, incinerar durante treinta minutos, dejar enfriar los crisoles en el horno abierto hasta 200° C, colocarlos a continuación algunos minutos sobre la placa refractaria para dejarlos enfriar hasta 100° C,

aproximadamente, y operar después como para los crisoles filtrantes de cuarzo.

No es necesario hacer una prueba en vacío, ya que todo el material filtrante es inalterable al calor como consecuencia del tratamiento previo.

1.5. Cálculos.

El índice de materias celulósicas viene dado por la expresión:

$$C = \frac{(a - b) \cdot 100 \cdot 100}{E (100 - H)}$$

siendo:

C = índice de materias celulósicas en porcentaje de materia seca.

a = peso, en g, del crisol y del residuo después del ataque ácido y secado a 130° C.

b = peso, en g, del crisol después de la incineración del residuo.

E = peso, en g, de la muestra.

H = humedad de la muestra en porcentaje.

1.6. Observaciones.

1.6.1. En el caso de los cereales y productos derivados, no es necesario extraer la grasa antes del ataque ácido.

1.6.2. Los materiales filtrantes (crisoles filtrantes, arena de mar, placas de porcelana, polvo de tierra cocida) pueden ser utilizados nuevamente. Se separa por tamizado la arena de mar del polvo de tierra cocida; no es necesario limpiar de nuevo con el ácido clorhídrico los crisoles filtrantes, la arena de mar, el polvo de tierra cocida y las placas filtrantes de porcelana.

1.6.3. El tiempo necesario para la determinación del índice de materias celulósicas mediante el empleo de crisoles filtrantes de cuarzo, es aproximadamente de cinco horas, y mediante los crisoles filtrantes de vidrio alrededor de ocho horas.

1.7. Referencia.

1. International Association for Cereal Chemistry (I. C. C.). Standard Nr 113.

2. HUMEDAD

2.1. Principio.

El contenido en agua de un producto se define convencionalmente como la pérdida de masa que experimenta en condiciones determinadas.

El producto se seca a 130° C bajo presión atmosférica normal, durante una hora y media.

Este método de desecación a 130° C se aplica a los granos, harinas y otros productos derivados de los cereales, reducidos a partículas de dimensiones inferiores o iguales a 1.700 μ, de las cuales, menos del 10 por 100 serán superiores a 1.000 μ y más del 50 por 100 inferiores a 500 μ.

2.2. Material y aparatos.

2.2.1. Balanza con precisión de 1 mg.

2.2.2. Aparato triturador que no provoque calentamiento, fácil de limpiar y que proporcione partículas de dimensiones especificadas en 2.1.

2.2.3. Pesafiltro metálico o de vidrio con tapadera, y con una superficie útil que permita un reparto de la muestra de 0,3 gramos/cm², como máximo.

2.2.4. Estufa isoterma de calefacción eléctrica, regulada de tal manera que la temperatura del aire en su interior sea de 130° C, y que tenga aireación suficiente. La estufa tendrá una capacidad calorífica tal que, regulada previamente a la temperatura de 130° C, pueda alcanzar de nuevo esa temperatura en menos de media hora, después de colocar simultáneamente en su interior al número máximo de muestras a desecar.

La eficacia de la ventilación se determinará con la ayuda de sémola como material de ensayo que tenga 1 mm como máximo de partícula. La ventilación será tal que secando simultáneamente a 130° C todas las muestras que la estufa pueda contener, primero durante dos horas y después durante tres horas, los resultados presenten entre ellos una diferencia inferior a 0,15 por 100.

2.2.5. Desecador provisto de placa de porcelana o metálica perforada, conteniendo un agente deshidratante como anhídrido fosfórico, cloruro de calcio o silicagel coloreado en azul.

2.3. Procedimiento.

Introducir 5 g de la muestra en el pesafiltros, tarado después de permanencia en la estufa y de enfriamiento en el desecador. Cerrar el pesafiltros y pesar con aproximación de 1 mg. Debe operarse rápidamente.

Tener en la estufa durante hora y media el pesafiltros des-

tapado con la muestra. Transcurrido este tiempo, y operando rápidamente, retirar el pesafiltros de la estufa una vez tapado y colocarlo en el desecador. Pesarse en cuanto se enfríe en el desecador.

2.4. Cálculo.

2.4.1. El contenido en agua de la muestra, en porcentaje, es:

$$\text{Humedad \%} = \frac{(M - m) 100}{M}$$

en la que:

M = masa inicial, en g, de la muestra.

m = masa, en g, del producto seco.

La media de dos resultados, con una aproximación de 0,05 g por 100, representará la humedad de la muestra.

2.4.2. Dispersión de los resultados. La diferencia resultante entre determinaciones duplicadas de la misma muestra no deberá ser mayor que 0,1 por 100 en valor absoluto. En caso contrario, se repetirá la determinación por duplicado.

2.5. Referencias.

1. Instituto de Racionalización del Trabajo. Una Norma Española 34.400 h 5.
2. Métodos de la Asociación Internacional de Química Cerealista (I. C. C.).

3. CENIZAS

3.1. Principio.

3.1.1. Definición. El contenido en cenizas de un producto es el residuo resultante después de su incineración en condiciones determinadas.

Este método es aplicable a los granos, harinas y otros productos derivados de los cereales.

3.2. Material y aparatos.

3.2.1. Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

3.2.2. Horno de mufla eléctrico, con circulación de aire suficiente, con mecanismo de regulación y control de temperatura.

3.2.3. Cápsulas de incineración redondas de fondo plano, preferiblemente de aleación de oro y platino, o bien de cuarzo o de porcelana. El diámetro de las cápsulas será de unos 5 cm, y la altura máxima de 2 cm.

3.2.4. Desecador provisto de llave, con placa perforada de aluminio, conteniendo un agente deshidratante como cloruro de calcio, anhídrido fosfórico o silicagel coloreado en azul.

3.3. Procedimiento.

Pesar 5 g de muestra con aproximación de 10 mg; las restantes pesadas deben hacerse con una aproximación de 0,1 mg.

Inmediatamente antes de usar las cápsulas de incineración, calentarlas en el horno a la temperatura de 910° C durante 15 minutos. Enfríarlas en el desecador y pesarlas en cuanto alcancen la temperatura ambiente.

Introducir la muestra pesada en la cápsula repartiéndola en una capa de espesor uniforme, sin comprimirla. Colocar la cápsula a la entrada del horno con la puerta abierta, y dejar que arda. Cuando las llamas se extingan, empujar la cápsula al interior del horno y cerrar la puerta del mismo. Una vez cerrada la puerta del horno debe mantenerse en él una corriente de aire suficiente, que no sea tan fuerte como para arrastrar la sustancia fuera de las cápsulas.

La incineración se continúa hasta lograr la combustión total de la muestra, incluso de las partículas carbonosas que pueden quedar incrustadas en las cenizas. Dar por terminada la incineración cuando el residuo es prácticamente blanco o gris después del enfriamiento. Sacar las cápsulas del horno y dejarlas enfriar en el desecador. Pesarlas tan pronto alcancen la temperatura ambiente.

La temperatura de incineración es de 910° C.

3.4. Cálculo.

3.4.1. El porcentaje de cenizas sobre materia natural se obtiene por la fórmula siguiente:

$$\text{Cenizas \% (materia natural)} = \frac{(P_1 - P_2) 100}{P - P_1}$$

En la que:

P = peso en g de la cápsula con la muestra.

P₁ = peso en g de la cápsula con las cenizas.

P₂ = peso en g de la cápsula vacía.

3.4.2. El porcentaje de cenizas sobre materia seca se obtiene relacionando el valor de contenido en cenizas obtenido sobre materia natural con el valor de contenido en humedad, según la fórmula siguiente:

$$\text{Cenizas \% (materia seca)} = \frac{\text{Cenizas sobre materia natural} \times 100}{100 - \text{humedad de la harina}}$$

3.4.3. Límite de errores. Cuando el contenido de cenizas no rebasa el 1 por 100 de la muestra, la diferencia de los resultados de un ensayo efectuado por duplicado no deberá ser superior al 0,02. Si el contenido de cenizas rebasa el 1 por 100, la diferencia no deberá ser superior al 2 por 100 de dicho contenido. Si es superior, se repetirá la determinación.

3.4.4. Expresión de los resultados. El contenido de cenizas se expresa por 100 partes de sustancia seca y con dos cifras decimales.

3.5. Referencias.

1. Instituto de Racionalización del Trabajo. Una Norma Española 34.400 h 8.
2. Métodos de la Asociación Internacional de Química Cerealista (I. C. C.).

4. PROTEÍNA

4.1. Principio.

El contenido en proteína bruta de un producto es el resultado de multiplicar el contenido en nitrógeno, determinado por el procedimiento Kjeldahl por un factor de transformación del nitrógeno en proteína.

Este método es aplicable a los granos, harinas y otros derivados de los cereales.

4.2. Material y aparatos.

4.2.1. Matraces Kjeldahl de 500 a 800 ml.

4.2.2. Batería de ataque.

4.2.3. Batería de destilación o aparato de destilación.

4.3. Reactivos.

4.3.1. Ácido sulfúrico concentrado.

4.3.2. Sulfato potásico anhidro.

4.3.3. Sulfato de cobre.

4.3.4. Disolución de hidróxido sódico al 30 por 100 (p/v) en agua.

4.3.5. Disolución de ácido sulfúrico 0,1N.

4.3.6. Disolución de hidróxido sódico 0,1N.

4.3.7. Disolución de indicador: disolver 0,3 g de rojo de metilo en 100 ml de alcohol etílico del 95 por 100.

4.4. Procedimiento.

Pesar un g de muestra, molida de forma que las partículas sean inferiores a 500 μ, e introducirla en un matraz Kjeldahl. Añadir 10 g de sulfato potásico y 0,1 g de sulfato de cobre. Agregar 20 ml de ácido sulfúrico concentrado y mezclar todo hasta que toda la sustancia esté mojada por el ácido. Iniciar el ataque a fuego lento, para evitar que la espuma arrastre el producto al cuello del matraz. Cuando desaparezca la espuma, hacer hervir vigorosamente hasta que la disolución quede limpia y prolongar todavía el ataque otros 30 minutos.

Dejar enfriar. Añadir unos 200 ml de agua. Agregar 80 ml de hidróxido sódico al 33 por 100 y proceder al destilado. El líquido que destila se recoge en un vaso que contenga 20 ml de SO₄H₂ N/10 y una gota de disolución de indicador, añadiéndose nuevamente una cantidad conocida de ácido sulfúrico N/10 si virase de color durante la destilación. La cantidad de destilado a recoger es de unos 150 ml, dándose por acabada la destilación cuando el líquido que se destila no haga virar a azul el papel rojo de tornasol.

Acabada la destilación, valorar el exceso de ácido sulfúrico con disolución valorada de hidróxido sódico 0,1N.

Efectuar una prueba en blanco de destilación y valoración para controlar la pureza de los reactivos.

4.5. Cálculo.

4.5.1. El porcentaje de proteína bruta sobre sustancia natural es:

$$\text{Proteína bruta \%} = \frac{(V \cdot f - V_1 \cdot f_1) 0,014 \cdot F \cdot 100}{P}$$

En la que:

V = volumen en ml de disolución de SO₄H₂ N/10 empleado para recoger el nitrógeno amoniacal destilado.

f = factor de la disolución de SO₄H₂ N/10.

V_1 = volumen en ml de disolución de NaOH N/10 necesario para neutralizar el ácido sulfúrico existente al final de la destilación.

f_1 = factor de la disolución de NaOH N/10.

F = factor de transformación de nitrógeno en proteína. Para el trigo y derivados es de 5,7 y para los restantes cereales es de 6,25.

P = peso de la muestra.

4.5.2. El porcentaje de proteína bruta sobre sustancia seca se determina teniendo en cuenta el contenido en humedad.

4.5.3. Dispersión de los resultados. Se considerarán concordantes las determinaciones duplicadas cuando los resultados expresados en porcentaje difieran en menos de 0,25.

4.6. Referencias.

- Instituto de Racionalización del Trabajo. Una Norma Española 34.400 h 7.
- Métodos de la Asociación Internacional de Química Cerealista (I. C. C.).

5. GRASA

5.1. Principio.

El contenido en grasa bruta de un producto se define convencionalmente como la parte del mismo extraíble por éter etílico en condiciones determinadas. Incluye, además de la grasa, otras muchas sustancias solubles en éter etílico, como son: ceras, pigmentos, vitaminas, etc.

Este método es aplicable a los granos, harinas y otros productos derivados de los cereales.

5.2. Material y aparatos.

- 5.2.1. Extractor tipo Soxhlet.
- 5.2.2. Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.
- 5.2.3. Estufa de desecación, graduada a 100° C.
- 5.2.4. Desecador con placa de porcelana o metálica perforada, conteniendo un agente deshidratante, como anhídrido fosfórico o silicagel.
- 5.2.5. Cartuchos de extracción.
- 5.2.6. Matraces de 100 a 150 ml, adaptables al extractor.
- 5.2.7. Batería de extracción, baño de agua.

5.3. Reactivos.

Eter etílico.

5.4. Procedimiento.

Pesar de 5 a 10 g de muestra, molida de forma que pase por un tamiz de 500 μ y desecada a 100° C, e introducirlos en un cartucho que se tapona con algodón. Tarar el matraz, desecado en la estufa y enfriado en el desecador. Introducir el cartucho en el extractor, añadir éter etílico una vez conectado el matraz y proceder a la extracción, continuándola hasta que el éter sea incoloro; son suficientes 4 horas a una velocidad de destilación de 4 a 5 gotas/s, y 18 horas para 2 a 3 gotas/s.

Sacar el cartucho del extractor y recuperar el éter. Llevar el matraz con el extracto y el resto del disolvente a la estufa de desecación a 100° C y tenerlo media hora. Dejar enfriar el matraz en el desecador y, en cuanto alcance la temperatura ambiente, pesarlo.

5.5. Cálculo.

El porcentaje de grasa bruta sobre sustancia seca viene dado por la fórmula:

$$\text{Grasa bruta \% (materia seca)} = \frac{(P_1 - P_2) \times 100}{P}$$

En la que:

P_1 = peso, en g, del matraz con el extracto etéreo.

P_2 = peso, en g, del matraz vacío.

P = peso, en g, de la muestra empleada.

5.6. Referencia.

- American Association of Cereal Chemists. Cereal Laboratory Methods, 1967. Método 30-20.

a. INDICE DE MALTOSA

6.1. Principio.

El índice de maltosa es una medida relacionada con la capacidad de producción de gas de un trigo.

6.2. Material y aparatos.

- 6.2.1. Matraz erlenmeyer con tapón de 250 ml.
- 6.2.2. Baño de agua.

6.2.3. Bureta graduada de 50 ml de capacidad.

6.2.4. Matraz erlenmeyer de 100 ml.

6.2.5. Mechero Bunsen y trípode.

6.3. Reactivos.

6.3.1. Acido sulfúrico al 20 por 100.

6.3.2. Tungstato sódico al 15 por 100.

6.3.3. Solución de sulfato de cobre (69,28 g/l).

6.3.4. Solución de 350 g de sal de Seignette (tartrato sódico potásico) y 100 g de sosa cáustica en 1 litro de agua.

6.3.5. Indicador: Solución acuosa de azul de metileno al 1 por 100.

6.4. Procedimiento.

Pesar 15 g de harina y colocarlos en un matraz erlenmeyer con tapón. Añadir 95 ml de agua destilada e introducir el matraz en un baño de agua manteniendo a 27° C de temperatura. Dejar en el baño durante una hora, agitar bien a intervalos de 15 minutos. Sacar el matraz del baño y añadir 15 ml de ácido sulfúrico al 20 por 100 y 3,5 ml de tungstato sódico al 15 por 100. Filtrar. Prescindir del residuo y colocar el líquido en una bureta graduada de 50 ml de capacidad. Introducir en un matraz erlenmeyer 5 ml de solución de sulfato de cobre (69,28 g/l) y 6 ml de una solución de 350 g de sal de Seignette (tartrato sódico potásico) y 100 g de sosa cáustica en un 1 litro de agua. Colocar el matraz en un trípode sobre un mechero Bunsen y verter en él desde la bureta 20 ml del líquido filtrado. Cuando hierva, añadir 5 gotas de indicador (solución acuosa de azul de metileno al 1 por 100). Verter gradualmente líquido desde la bureta hasta que la solución del matraz ha perdido por completo la coloración azul. Observar en la probeta la cantidad de líquido vertido y buscar en la tabla 6.I el índice de maltosa de la harina.

6.5. Referencia.

- Análisis de Cereales y Derivados. Ministerio de Agricultura, 1957, páginas 56-57.

TABLA 6.I

Índice de maltosa

Líquido vertido	Índice de maltosa	Líquido vertido	Índice de maltosa
20,0	2,69	35,5	1,49
20,5	2,63	36,0	1,47
21,0	2,56	36,5	1,46
21,5	2,50	37,0	1,45
22,0	2,44	37,5	1,42
22,5	2,38	38,0	1,40
23,0	2,33	38,5	1,38
23,5	2,28	39,0	1,36
24,0	2,23	39,5	1,34
24,5	2,18	40,0	1,32
25,0	2,14	40,5	1,30
25,5	2,10	41,0	1,29
26,0	2,06	41,5	1,27
26,5	2,02	42,0	1,26
27,0	1,99	42,5	1,24
27,5	1,95	43,0	1,23
28,0	1,91	43,5	1,21
28,5	1,87	44,0	1,20
29,0	1,84	44,5	1,18
29,5	1,80	45,0	1,17
30,0	1,77	45,5	1,16
30,5	1,74	46,0	1,15
31,0	1,72	46,5	1,13
31,5	1,69	47,0	1,12
32,0	1,66	47,5	1,11
32,5	1,63	48,0	1,10
33,0	1,61	48,5	1,09
33,5	1,58	49,0	1,08
34,0	1,56	49,5	1,06
34,5	1,54	50,0	1,05
35,0	1,52		

7. ACIDEZ GRASA

7.1. Principio.

Neutralización de los ácidos grasos libres con hidróxido sódico. Se mide la rancidez hidrolítica que se utiliza como índice de deterioro en almacenamiento.

Aplicable a granos de cereales y harinas.

7.2. Material y aparatos.

- 7.2.1. Extractor tipo Soxhlet.
- 7.2.2. Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.
- 7.2.3. Cartuchos de extracción.
- 7.2.4. Matraces de 100 a 150 ml adaptables al extractor.
- 7.2.5. Batería de extracción con baño de agua.
- 7.2.6. Pipetas de 50 ml.
- 7.2.7. Bureta de 50 ml.

7.3. Reactivos.

- 7.3.1. Eter de petróleo p.e. 35-60° C.
- 7.3.2. Benceno-alcohol-fenolftaleína (BAF). Mezclar partes iguales en volumen de benceno y de alcohol etílico del 95 por 100. Añadir 0,2 g de fenolftaleína por litro para obtener una solución al 0,02 por 100.
- 7.3.3. Hidróxido potásico. Preparar una solución 0,0178N (1 ml = 1 mg KOH) con hidróxido potásico libre de CO₂.

7.3.4. Patrón de color.

7.3.4.1. Colocar 50 ml de agua en un matraz del mismo tipo en que se va a hacer la valoración. Añadir gota a gota una solución de dicromato potásico al 0,05 por 100 hasta que tome la coloración de la solución que se va a valorar. Añadir 2,5 mililitros de una solución recién preparada de permanganato potásico al 0,01 por 100 y se mezcla. El color final de la valoración debe ser semejante a éste.

7.3.4.2. El color patrón para la valoración de la prueba en blanco se obtiene añadiendo 2,5 ml de permanganato al 0,01 por 100 a 50 ml de agua.

7.4. Procedimiento.

Para que los resultados sean más precisos, el contenido en humedad de los granos no debe exceder del 11 por 100. Se ha comprobado que mayores contenidos en humedad en el momento de la extracción aumentan significativamente los valores de acidez grasa.

Moler por los menos 40 g de una muestra representativa para granos pequeños, tales como el trigo, o 200 g para granos más grandes, tales como el maíz. Preferiblemente, moler la muestra de tal forma que el 90 por 100 o más pase a través del tamiz de 500 µ. Una vez molida la muestra se somete a extracción antes de 1 hora para evitar cambios causados por enzimas lipolíticas. Extraer 10 g de muestra sólida, como en 5.4, utilizando éter de petróleo. Evaporar el éter de petróleo del extracto y redissolver el extracto en el matraz de extracción con 50 ml de solución de BAF. Valorar la solución extraída con hidróxido potásico 0,0178N hasta alcanzar el punto de color patrón.

7.4.1. Hacer la prueba en blanco valorando 50 ml de solución BAF, hasta alcanzar el punto de color patrón 7.3.4.2.

7.5. Cálculo.

Expresar la acidez grasa como los mg de KOH requeridos para neutralizar los ácidos grasos libres de 100 g de grano sobre sustancia seca por la fórmula

$$\text{Valor acidez grasa} = \frac{(V - V_1) \times 10}{100 - H} \times 100$$

donde:

- V = volumen en ml de KOH 0,0178N utilizado para valorar la muestra extraída.
 V₁ = volumen en ml de KOH 0,0178N utilizado para la valoración en blanco.
 H = peso en g de agua en 100 g de muestra.

7.6. Observaciones.

En caso de granos con altos valores de acidez grasa se forman a veces emulsiones durante la valoración que enmascaran parcialmente el punto de color final. Cuando aparecen emulsiones, añadir 50 ml adicionales de solución BAF para asegurar una solución clara. En este caso el valor de la prueba en blanco es el doble del valor determinado sobre 50 ml.

7.7. Referencia.

1. American Association of Cereal Chemistry Cereal Laboratory Methods, 1967. Método 02-01.

8. AGENTES OXIDANTES (Reacción con yoduro potásico)

8.1. Principio.

Este método detecta todos los agentes oxidantes que se adicionan generalmente a la harina, para mejorar sus propiedades de panificación, excepto percloratos y peróxido de benzoilo.

8.2. Material y aparatos.

- 8.2.1. Matraz erlenmeyer de 500 ml.
- 8.2.2. Centrifuga.
- 8.3. Reactivos.
- 8.3.1. Yoduro potásico 10 por 100.
- 8.3.2. Acido sulfúrico (1 + 10) v/v.
- 8.4. Procedimiento.

Colocar 50 g de muestra en un matraz erlenmeyer de 500 mililitros, añadir 200 ml de agua a la temperatura ambiente, agitar bien y dejar reposar 1 hora, aproximadamente, con agitados frecuentes. Filtrar o centrifugar. A 5 ml del filtrado añadir 5 mililitros de solución de KI y 5 ml de H₂SO₄ (1 + 10) v/v. Soluciones amarillas o pardas indican la presencia de agentes oxidantes.

8.5. Referencia.

1. American Association of Cereal Chemistry. Cereal Laboratory Methods. 1967. Método 48-02.

9. BROMATOS Y IODATOS EN LA HARINA (Método cualitativo)

9.1. Principio.

Este método sirve para determinar la presencia de bromato y iodato en la harina, que actúan como mejorantes.

9.2. Material y aparatos.

- 9.2.1. Placa de Petri de un área aproximada de 100 cm².
- 9.2.2. Tamiz número 60.

9.3. Reactivos.

- 9.3.1. Para el bromato y iodato solución de HCl en agua (1 + 7) v/v y KI (1 por 100) mezclados a volúmenes iguales.
- 9.3.2. Para iodato solución de 1 volumen de KSCN (1 por 100) y 4 volúmenes de solución de HCl en agua (1 + 32) v/v mezclados.

9.4. Procedimiento.

9.4.1. Bromatos y iodatos.

Cubrir el fondo del recipiente con el reactivo KI-HCl. Cerner uniformemente con el tamiz número 60 sobre el reactivo, aproximadamente 4 g de harina a ensayar. Alternativamente, cerner harina sobre la superficie del recipiente seco y esparcir la mezcla de reactivo sobre la harina con un frasco pulverizador hasta que todas las partículas estén humedecidas. La aparición de manchas negras o purpúreas después de la adición del reactivo indica la presencia de bromato o iodato.

9.4.2. Iodatos.

9.4.2.1. (Aplicable a 10 p.p.m. o más). Distribuir suavemente, aproximadamente, 1 g de harina sobre el fondo de una placa de Petri y cubrir completamente con el reactivo KSCN-HCl recientemente preparado.

9.4.2.2. (Aplicable a 1-10 p.p.m.) Proceder como para bromatos y iodatos, pero usar el reactivo KSCN-HCl.

9.5. Referencia.

1. Association of Official Agricultural Chemists. Official Methods of Analysis. 1970. 14.040 y 14.041, pág. 218.

10. PEROXIDO DE BENZOILO (Método cualitativo con bencidina)

10.1. Principio.

El peróxido de benzoilo da con solución etanólica de bencidina, coloración pardo-verdosa.

10.2. Material y aparatos.

- 10.2.1. Placa de vidrio.
- 10.2.2. Pulverizador.

10.3. Reactivos.

Disolver 1,5 g de bencidina (base libre) en 50 ml de etanol 96 por 100. Calentar la solución a 50-60° en un baño de agua antes de usarla.

10.4. Procedimiento.

Verter el reactivo sobre una capa de harina en una placa de vidrio. Si aparecen manchas pardo-verdosas indica que la harina está tratada con peróxido de benzoilo. Observar mejor las manchas por detrás del vidrio y, en general, verter el reactivo pulverizando.

10.5. Referencia.

1. American Association of Cereal Chemists, Cereal Laboratory Methods, 1967. Método 48-05.

11. INDICE DE PELSSENKE

11.1. Principio.

El índice de Pelschenke proporciona una valoración indirecta de la calidad panadera de los trigos, estando relacionado tanto con la capacidad de producción de gas como con la capacidad de retención del mismo.

11.2. Material y aparatos.

11.2.1. Baño de agua.

11.2.2. Vasos de forma baja de 150 ml.

11.3. Reactivos.

11.3.1. Suspensión de levadura panaria. Formar una papilla espesa con 10 g de levadura y agua destilada, añadiendo más agua hasta completar 100 ml.

11.4. Procedimiento.

Pesar 10 g de trigo molido que pase por el tamiz de 1 mm y colocarlo en una cápsula de porcelana. Añadir 5,5 ml de la suspensión de levadura y amasar con una espátula. Dividir la masa en dos partes aproximadamente iguales y darle forma de bola compacta entre las palmas de las manos.

Introducir las bolas así formadas en sendos vasos de forma baja de 150 ml, que contengan 75 ml de agua a 32° C. Colocar los vasos en un baño de agua a dicha temperatura. Por la acción de los gases producidos en la fermentación, las bolas suben a la superficie, en la cual permanecen un tiempo variable, hasta que se rompen y caen pedazos al fondo del vaso.

11.5. Cálculo.

Medir el tiempo en minutos transcurrido desde el momento de introducir la bola en el vaso hasta que se produce la disgregación. La media de las dos determinaciones constituye el «índice de Pelschenke».

11.6. Referencias.

1. Análisis de Cereales y Derivados. Ministerio de Agricultura, 1957, pág. 35.
2. American Association of Cereal Chemists Cereal Laboratory Methods, 1967. Método 56-50.

12. GLUTEN

12.1. Principio.

Complejo de proteínas insolubles en agua que forman, por arrastre del almidón de la harina mediante lavado, una masa gomosa muy extensible.

Este método se aplica para la determinación del contenido en gluten de la harina de trigo y sémolas.

12.2. Material y aparatos.

12.2.1. Balanza con precisión de 0,01 g.

12.2.2. Extractor de gluten con disco excéntrico y mecanismo tensor para gasa de seda; velocidad del disco excéntrico: 80 r.p.m.

12.2.3. Recipiente para agua con gasto regulable.

12.2.4. Cronómetro.

12.2.5. Tamiz de madera, de 30 por 40 cm, con gasa para sémola número 56.

12.2.6. Placa de vidrio esmerilado 40 x 40 cm.

12.2.7. Guantes de caucho delgado y de superficie lisa.

12.2.8. Prensa para gluten, sistema Berliner, con distancia entre placas de 2,4 mm.

12.2.9. Cápsula de porcelana barnizada interiormente o de metal esmaltado, de 10 a 15 cm de diámetro.

12.2.10. Espátula de 18 a 20 cm de longitud.

12.3. Reactivos.

12.3.1. Disolución al 2 por 100 de cloruro de sodio (pH 6,2). Disolver 200 g de cloruro de sodio, de calidad reactivo para análisis, en 10 litros de agua destilada. Añadir 7,54 g de KH_2PO_4 y 1,40 g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, de calidad reactivo para análisis. La disolución se preparará cada día que se utilice.

12.3.2. Solución de yodo, aproximadamente N/1000; sirve para comprobar la presencia de almidón.

12.4. Procedimiento.

Pesar 10 g de harina con una aproximación de $\pm 0,01$ g y colocarla en una cápsula de porcelana. Añadir gota a gota 5,5 ml de disolución de cloruro sódico removiendo continua-

mente la harina con la espátula. Después de haber añadido a la harina toda la disolución de cloruro de sodio, comprimir la mezcla cuidando de no perder nada de harina. La masa adherida a la pared de la cápsula se añade a la bola de masa.

Homogeneizar la masa enrollándola con la palma de la mano sobre la placa de vidrio esmerilado hasta que tenga una longitud de 7 a 8 cm, volviéndola a dar entonces la forma de bola y se repite el amasado en la misma forma hasta un total de cinco veces. La mano que efectúa la homogeneización estará revestida de un guante de caucho que proteja la masa del calor y de la transpiración de la mano.

Colocar la bola de masa sobre la gasa de seda ligeramente tensa del extractor de gluten. Mojar la masa con unas gotas de solución de cloruro de sodio, colocando luego en su sitio el disco excéntrico. Lavar durante 10 minutos, debiéndose gastar unos 400 ml de solución de cloruro de sodio.

Cuando no se disponga del aparato extractor de gluten, se sustituirá el anterior paso por un lavado a mano. Para ello, dejar caer gota a gota la solución de cloruro de sodio, que debe tener una temperatura de 18° C, sobre la palma de la mano. El ritmo de goteo debe ser tal que aproximadamente 0,75 litros de la disolución desagüe en 8 minutos. Durante este tiempo arrollar y prensar alternativamente la masa y estirarla siete veces de forma que se parta en dos trozos que se juntan en seguida. La duración del lavado depende del contenido de la masa en gluten; sin embargo, debe ser aproximadamente la misma siempre y no rebasar los 8 minutos.

Al lavado mecánico del gluten sigue un lavado a mano cuya duración, en general, no debe exceder de 2 minutos. Se puede considerar terminada la extracción de gluten tan pronto como al amasar la bola de gluten con la disolución fresca de cloruro de sodio no se encuentren más que trazas de almidón en el agua escurrida. Para comprobar la presencia de almidón en el líquido de lavado, utilizar una disolución de yodo 0,001 N.

Desprender de la bola de gluten la mayor parte de la disolución de lavado adherente cogiendo el gluten con la punta de los dedos de una mano y sacudiéndolo tres veces brevemente, pero con fuerza. Estirar a continuación, suavemente, el gluten en lámina delgada, manteniéndolo entre los dedos, y llevarlo a la prensa, cerrando ésta. Abrirla a los 5 segundos y pasar la lámina de gluten a posición seca sin deformarla. Prensarla otra vez. Hacer esta operación quince veces, secando bien las superficies de vidrio después de cada prensada.

Pesar el gluten en la balanza con aproximación de 0,01 g.

12.5. Cálculo.

12.5.1. Gluten húmedo. El peso obtenido multiplicado por diez da el porcentaje de gluten húmedo. Las determinaciones duplicadas se consideran concordantes cuando no difieran en más de 0,5 por 100 de contenido en gluten. Si la desviación es mayor, hacer una tercera determinación y tomar la medida de las tres efectuadas como expresión del contenido en gluten. Si la desviación hallada entre los valores más alto y más bajo en los tres ensayos es mayor del 1 por 100, proceder a hacer una cuarta determinación.

12.5.2. Gluten seco. La bola de gluten húmedo obtenida en la determinación anterior se deseca en la estufa a temperatura de 100° C hasta peso constante. Dejarla enfriar y pesar.

El peso obtenido multiplicado por diez da el porcentaje de gluten contenido en la harina.

12.6. Referencias.

1. Instituto de Racionalización del Trabajo. Una Norma Española 34.400 h 6.
2. Métodos de la Asociación Internacional de Química Cerealista (I. C. C.).

13. FARINOGRÁFO BRABENDER

13.1. Principio.

El método se aplica para la determinación de la absorción de agua y el comportamiento al amasado de una harina de trigo. El farinógrafo mide y registra la resistencia de una masa al amasado. Esta resistencia se llama consistencia. La absorción de agua se define como el porcentaje de agua respecto al peso de harina que es necesario añadir para obtener una masa de consistencia determinada.

13.2. Material y aparatos.

13.2.1. Farinógrafo Brabender con tanque de circulación de agua.

Calibración del farinógrafo.

Velocidad de la paleta rápida: 90 ± 3 r.p.m.

Par: 100 ± 2 g cm/U.B.

Velocidad del papel: $1,00 \pm 0,03$ cm/min.
Bureta graduada de 135 ml a 225 ml.

13.2.2. Balanza de sensibilidad: $\pm 0,1$ g.
13.2.3. Espátula de plástico blanco.

13.3. Reactivos.

13.3.1. Agua destilada.

13.4. Procedimiento.

Determinar el contenido de humedad de la harina como en 2. Hacer circular el agua por el termostato y el farinógrafo a: menos 1 hora antes de usar el instrumento. Durante el ensayo, la temperatura del agua y de la amasadora deberá ser de $30 \pm 0,2^\circ$.

Lubricar la amasadora con una gota de agua entre la pared posterior y cada una de las paletas. Ajustar la posición de los pesos de la balanza para obtener una deflexión cero del indicador con las paletas girando en vacío. Ajustar el brazo de la pluma de tal forma que coincidan las lecturas en el sector de la balanza y en el papel móvil. Ajustar el amortiguador de tal manera que con el motor girando el tiempo requerido por el indicador de la balanza para ir de 1.000 a 100 U.B. sea de $1,0 \pm 0,2$ s.

Poner en la amasadora el peso equivalente a $300 \pm 0,1$ g de harina con el 15 por 100 de humedad. Tapar la amasadora. Llenar la bureta con agua a $30 \pm 5^\circ$.

Si fuese necesario, llevar la harina a $30 \pm 10^\circ$.

Colocar el papel de tal manera que la pluma esté en contacto con una línea de 9 min. Mezclar durante 1 minuto. Comenzar a añadir agua de la bureta en la esquina delantera de la derecha de la amasadora cuando la pluma cruce la línea de 0 minutos. Añadir agua en cantidad suficiente para que la consistencia máxima de la masa sea de 500 U.B.

Cuando la masa se adhiera a las paredes de la amasadora, rasparla con una espátula de plástico. Cubrir la amasadora hasta el final del ensayo.

Si la cantidad de agua utilizada en el ensayo no se ha añadido en un intervalo de 25 segundos o si la consistencia máxima de la masa difiere de 500 ± 20 U.B., se repite el ensayo corrigiendo la cantidad de agua y añadiéndola en 25 segundos de forma que la masa adquiera una consistencia máxima de 500 ± 20 U.B.

Una vez alcanzada la consistencia máxima, continuar el ensayo durante 12 minutos.

13.5. Cálculo.

13.5.1. Absorción de agua. Calcular la absorción de agua sobre una base del 15 por 100 de humedad como sigue:

$$\text{Absorción de agua \%} = \frac{V + P - 300}{3}$$

V = volumen en ml de agua añadida para obtener una masa con una consistencia máxima de 500 U.B.

P = peso en g de harina utilizada, equivalente a 300 g con el 15 por 100 de humedad.

Determinar la absorción con una aproximación de 0,1 por 100.

13.5.2. Tiempo de desarrollo. Es el período de tiempo comprendido desde el comienzo del amasado hasta el punto de la curva inmediatamente anterior al primer signo de decaimiento. Expresar este tiempo con una aproximación de 0,5 minutos. En el caso, poco frecuente, de que aparezcan dos máximos, emplear el segundo para medir el tiempo de desarrollo.

13.5.3. Grado de decaimiento. Es la diferencia en U.B. entre el centro de la curva en el máximo y el centro de la curva 12 minutos después de este máximo. Expresar el decaimiento con una aproximación de 5 U.B.

13.6. Observaciones.

Se obtienen los siguientes valores para el coeficiente de variación de la determinación simple correspondiente a un solo farinógrafo:

Absorción de agua	0,55 %
Tiempo de desarrollo de la masa	8,8 %
Grado de decaimiento	7,5 %

13.7. Referencia.

1. Métodos de la Asociación Internacional de Química Cerealista (I. C. C.).

14. ALVEOGRAFO CHOPIN

(Provisional)

14.1. Principio.

En el ensayo con el alveógrafo, la masa se extiende bidimensionalmente formando un alveolo, por efecto de la fuerza debida a la presión del aire que se insufla por debajo de una lámina de masa obtenida en condiciones normalizadas. Con este ensayo se imita a gran escala la formación de alveolos en el seno de la masa por el dióxido de carbono producido por las levaduras durante la fermentación.

Las dimensiones y la forma de las curvas obtenidas y el volumen del alveolo en el momento de la rotura son una guía de las características de panificación de la harina.

14.2. Material y aparatos.

14.2.1. Alveógrafo de Chopin (con depósito de circulación de agua).

Calibración del alveógrafo:

Velocidad de la paleta amasadora: 60 ± 3 r.p.m.

Altura de las guías: $1,2 \pm 0,1$ cm.

Diámetros del rodillo: $3,3 \pm 0,07$ cm; $4,0 \pm 0,10$ cm.

Diámetro del cortador: $4,55 \pm 0,05$ cm.

Diámetro de la pieza de masa antes del ensayo: $5,50 \pm 0,05$ cm.

Volumen de la pera de goma: 20 ± 5 ml.

Volumen de la bureta: 625 ± 3 ml.

Flujo de agua en la bureta: $23,0 \pm 0,5$ s.

Velocidad del papel, 0,30 cm: 55 ± 1 s ó $0,55 \pm 0,01$ cm/s.

14.2.2. Bureta de 200 ml de capacidad.

14.2.3. Balanza de sensibilidad $\pm 0,1$ g.

14.2.4. Matraz erlenmeyer 250 ml.

14.2.5. Reloj avisador.

14.2.6. Planimetro.

14.3. Reactivos.

14.3.1. Solución de cloruro sódico. Disolver 25 g de cloruro sódico reactivo análisis, en agua destilada y llevar hasta 1 litro.

14.3.2. Aceite de cacahuete.

14.4. Procedimiento.

Determinar el contenido de humedad de la harina como en 2.3.

Si fuese necesario, llevar la temperatura de la harina a $20 \pm 5^\circ$. Poner el termostato en funcionamiento con antelación suficiente para asegurar que durante el ensayo la temperatura de la amasadora y del alveógrafo sea de $25 \pm 0,2^\circ$. Antes y durante el ensayo, comprobar las temperaturas.

Verter de la bureta al matraz erlenmeyer el volumen de solución de cloruro sódico equivalente a 50 ml. por cada 1.000 g de harina con el 15,0 por 100 de humedad. Este volumen puede encontrarse en la tabla 14.1.

Poner en la amasadora $250 \pm 0,1$ g de harina y colocar el suplemento de la amasadora en su posición. Poner en marcha el motor de la amasadora en su posición de marcha adelante, poner en marcha el reloj y añadir a la harina la solución de cloruro sódico vertiéndola sobre el eje de la paleta amasadora. Esta adición deberá hacerse en 15 segundos. Esperar a que se forme la masa. Después de 60 segundos retirar el suplemento de la amasadora y colocar la tapa sobre la amasadora. Después de 6 minutos para el motor de la amasadora.

Poner en marcha el motor en su posición de marcha atrás. Abrir la ranura de extrusión y colocar unas pocas gotas de aceite sobre la placa receptora. Desechar los 2 cm primeros de masa.

Cuando la lámina de masa alcance las muescas de la placa receptora, cortar con dos rápidos cortes frente a las guías. Deslizar las piezas de masa sobre la placa de vidrio previamente aceitado.

Repetir la operación anterior tres veces más y dejar una quinta pieza de masa sobre la placa receptora. Parar el motor de la amasadora.

Colocar el rodillo, cuya superficie está aceitada, entre las dos piezas de masa y moverle a lo largo de los railes 12 veces, primero lentamente y luego rápidamente. Repetirlo con la tercera y cuarta pieza. Cortar cada pieza con el cortador circular y colocarlas ordenadamente sobre las bandejas aceitadas en la cámara del alveógrafo. Pasar el rodillo y cortar la quinta pieza en la misma forma.

Colocar el papel sobre el tambor registrador. Llenar la pluma, trazar la línea de cero y volver el tambor a la posición inicial. Comprobar que el nivel de agua en la bureta está en el cero. Comprobar que la manilla está en la posición 1. Aceitar

el obturador y el plano de la base de la prensa 26 minutos después del comienzo del amasado, desenroscar el cuello de la prensa dos revoluciones. Retirar el collar pequeño y el obturador. Con la espátula deslizar cuidadosamente la primera pieza de masa sobre el centro de la base de la prensa. Volver a colocar el obturador y el collar. Girar el collar grande dos revoluciones en 20 segundos. Esperar 5 segundos. Retirar el collar pequeño y el obturador. Girar la manilla a la posición 2. Elevar la vasija de agua. Girar la válvula de aire a su posición horizontal. Comprimir la pera de goma. Girar la válvula de aire a su posición vertical. Soltar la pera de goma. Girar la manilla a la posición 3, comenzando la formación del alveolo y la rotación del tambor registrador.

Quando el alveolo se rompe, girar inmediatamente la manilla a la posición 4. Anotar el nivel de agua en la bureta. Bajar la vasija de agua. Girar la manilla a la posición 1 y volver a colocar la pluma. Desenroscar el collar grande dos revoluciones y retirar la masa. Repetir el ensayo con las cuatro piezas de masa restantes. Si un alveolo o la curva es claramente anormal debe desecharse la curva.

14.5. Cálculo.

14.5.1. Altura de la curva H. Es la media de las alturas máximas en milímetros de las cinco curvas. El valor P, tenacidad de la masa, puede calcularse multiplicando H por 1,1.

14.5.2. Longitud de la curva L. Es la longitud media, en milímetros, de las cinco curvas. Se miden a lo largo de la línea de cero, desde el comienzo de la curva hasta el punto correspondiente a la vertical trazada por el punto de la curva donde la presión desciende más bruscamente debido a la ruptura del alveolo.

14.5.3. Área de la curva S. Es el área media en cm² de las curvas. Para determinar esta área, trazar una curva media de las cinco. Si las curvas son diferentes medir la altura de la curva en el máximo, en el medio y hacia el final de cada curva. Marcar los valores medios sobre el gráfico en los puntos apropiados y trazar la curva media también sobre el gráfico conservando la forma característica de la curva.

Dar a esta curva una longitud igual a la longitud media L y terminar la curva con una línea vertical en ese punto. Medir el área de la curva media dos veces por lo menos con un planímetro y tomar el valor medio.

14.5.4. Índice de inflamamiento G. Es el valor medio de las lecturas de la bureta tomadas cuando el alveolo se rompe, que equivalen a la raíz cuadrada del volumen de aire usado para inflar el alveolo.

14.5.5. Trabajo de deformación W. Es el trabajo mecánico, en ergios, usado para inflar el alveolo. Se calcula por la fórmula siguiente:

$$W = \frac{132 \times G^2 \times S}{L}$$

14.6. Referencia.

1. Grupo de Estudio. Ensayo físico de la masa. Asociación Internacional de Química Cerealista (I. C. C.).

TABLA 14.I

Volumen de la solución de cloruro sódico

Humedad Porcentaje	Volumen ml.	Humedad Porcentaje	Volumen ml.
8,0	156,1	11,8	139,2
8,2	155,2	12,0	138,3
8,4	154,4	12,2	137,5
8,6	153,5	12,4	136,6
8,8	152,6	12,6	135,7
9,0	151,7	12,8	134,8
9,2	150,8	13,0	133,9
9,4	149,9	13,2	133,0
9,6	149,0	13,4	132,1
9,8	148,1	13,6	131,2
10,0	147,2	13,8	130,3
10,2	146,3	14,0	129,4
10,4	145,5	14,2	128,6
10,6	144,6	14,4	127,7
10,8	143,7	14,6	126,8
11,0	142,8	14,8	125,9
11,2	141,9	15,0	125,0
11,4	141,0	15,2	124,1
11,6	140,1	15,4	123,2

(Continuará)

MINISTERIO DE COMERCIO Y TURISMO

16463

REAL DECRETO 1802/1977, de 11 de julio, por el que se establecen disposiciones complementarias a la normativa vigente en materia de precios.

El elevado grado de inflación que soporta la economía española y el indispensable ajuste realizado en la paridad de nueva moneda, hace necesaria la adopción de medidas complementarias a la legislación vigente en materia de precios, que permitan que sus variaciones se sitúen dentro de unos justos límites, y que los empresarios, conociendo las orientaciones de la política de precios, puedan colaborar, bajo su propia responsabilidad, en el cumplimiento de los objetivos establecidos por el Gobierno.

Se adopta un sistema transitorio de control de precios aplicable a todos los bienes y servicios no incluidos expresamente en las relaciones «precios autorizados» y de «vigilancia especial». Con objeto de facilitar el cumplimiento de los fines perseguidos, se autoriza a reforzar los efectivos técnicos y administrativos de la Junta Superior de Precios y de los Servicios de Vigilancia del Mercado, a la vez que se establece el procedimiento de urgencia en la tramitación de los expedientes por elevaciones injustificadas de precios.

En su virtud, y a propuesta del Ministro de Comercio y Turismo y previa deliberación del Consejo de Ministros celebrado el día once de julio de mil novecientos setenta y siete,

DISPONGO:

Artículo primero.—A partir de la fecha de publicación del presente Decreto y hasta el treinta de septiembre de mil novecientos setenta y siete, todos los bienes y servicios no incluidos en los anexos II y III del Decreto dos mil setecientos treinta/mil novecientos setenta y seis, de veintiséis de noviembre, y por consiguiente no sometidos al régimen de precios autorizados ni de vigilancia especial, sólo podrán repercutir sobre los precios realmente practicados antes del doce de julio de mil novecientos setenta y siete los incrementos que en sus costes de producción se hayan originado desde dicha fecha.

Artículo segundo.—Las Empresas productoras de los bienes y servicios excluidos de los regímenes especiales, pero sometidas a la limitación establecida en el artículo anterior, deberán mantener a disposición de los servicios competentes de la Subsecretaría de Mercado Interior, la documentación relativa a los incrementos de costes repercutidos en los precios.

Artículo tercero.—Los servicios de Vigilancia del Mercado efectuarán las inspecciones necesarias para asegurar el cumplimiento de lo dispuesto en el presente Decreto. La totalidad de los expedientes que se incoen por infracciones en materia de precios, bien sea de oficio o a instancia de parte, serán tramitados por el procedimiento de urgencia.

Artículo cuarto.—Se adscribirán a los Servicios de Inspección de Disciplina del Mercado funcionarios de otros Cuerpos y plantillas y se dotarán las plantillas actualmente autorizadas hasta conseguir el número necesario de Inspectores para cubrir con absoluta eficacia la función de vigilancia y control de precios.

Artículo quinto.—Se dotará a la Junta Superior de Precios de una estructura administrativa adecuada y se le facilitará el personal necesario, autorizándose la adscripción de funcionarios en la forma que resulte más adecuada dentro de criterios de absoluta urgencia.

Artículo sexto.—Se faculta a los Ministerios de la Presidencia, de Hacienda y de Comercio y Turismo, para dictar las disposiciones necesarias para la ejecución de este Decreto, que entrará en vigor el mismo día de su publicación en el «Boletín Oficial del Estado».

Dado en Madrid a once de julio de mil novecientos setenta y siete.

JUAN CARLOS

El Ministro de Comercio y Turismo,
JUAN ANTONIO GARCÍA DIEZ