

379L1066

24. 12. 79

Diario Oficial de las Comunidades Europeas

Nº L 327/17

PRIMERA DIRECTIVA DE LA COMISIÓN**de 13 de noviembre de 1979****por la que se fija los métodos de análisis comunitarios para el control de los extractos de café y de los extractos de achicoria**

(79/1066/CEE)

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Vista la Directiva 77/436/CEE del Consejo, de 27 de junio de 1977, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre los extractos de café y los extractos de achicoria⁽¹⁾ y, en particular, su artículo 8,

Considerando que el artículo 8 de la Directiva 77/436/CEE prevé el control de la composición y de las características de los extractos de café y de los extractos de achicoria por métodos de análisis comunitarios;

Considerando que es deseable adoptar una primera serie de métodos cuyo estudio ya ha terminado;

Considerando que las medidas previstas en la presente Directiva están de acuerdo con el dictamen del Comité permanente de productos alimenticios,

Artículo 1

Los Estados miembros adoptarán todas las medidas necesarias para que los análisis precisos para controlar los criterios que figuran en el Anexo I se efectúen de conformidad con los métodos descritos en el Anexo II.

Artículo 2

Los Estados miembros pondrán en vigor cuantas disposiciones legales, reglamentarias y administrativas sean necesarias para adecuarse a la presente Directiva, en un plazo de dieciocho meses a partir de su notificación, e informarán inmediatamente a la Comisión.

Artículo 3

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

Hecho en Bruselas, el 13 de noviembre de 1979.

Por la Comisión

Étienne DAVIGNON

Miembro de la Comisión

(¹) DO nº L 172 de 12. 7. 1977, p. 20.

ANEXO I

**ÁMBITO DE APLICACIÓN DE LA PRIMERA DIRECTIVA SOBRE LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS
COMUNITARIOS DE LOS EXTRACTOS DE CAFÉ Y DE LOS EXTRACTOS DE ACHICORIA**

- I. Disposiciones generales
 - II. Determinación del contenido en cafeína de los extractos de café descafeinado por el método 1 (Anexo II)
 - III. Determinación de la materia seca de los extractos de café y de achicoria, del extracto de café soluble, de los cafés y achicorias solubles y de los cafés y achicorias instantáneos por el método 2 (Anexo II)
 - IV. Determinación de la materia seca de los extractos de café y de achicoria líquidos y de los extractos de café y de achicoria en pasta por el método 3 (Anexo II)
-

ANEXO II

MÉTODOS DE ANÁLISIS DE LOS EXTRACTOS DE CAFÉ Y DE LOS EXTRACTOS DE ACHICORIA

DISPOSICIONES GENERALES

1. **PREPARACIÓN DE LA MUESTRA**
 - 1.1. **Generalidades**

La masa de la muestra presentada al laboratorio para su análisis deberá ser de por lo menos 50 g.
 - 1.2. **Preparación de la muestra para el análisis químico**
 - 1.2.1. *Mezcla*

La muestra que se va a analizar deberá estar siempre bien mezclada antes de pesar la muestra de ensayo.
 - 1.2.1.1. Las muestras en polvo en pasta habrán de sacarse del recipiente, los granos triturarse y la muestra mezclarse de forma adecuada y colocarse en un recipiente apropiado.
 - 1.2.1.2. Las muestras en forma líquida deberán mezclarse con ayuda de un agitador.
 - 1.3. **Recipientes**

La muestra deberá conservarse siempre en un recipiente impermeable al aire y a la humedad.
2. **REACTIVOS**
 - 2.1. **Agua**
 - 2.1.1. Cuando se mencione que se debe emplear agua para hacer la solución, la disolución o el lavado, se utilizará agua destilada o agua desmineralizada de pureza equivalente por lo menos.
 - 2.1.2. Cuando se haga referencia a hacer la solución o la disolución sin otra indicación se sobreentenderá hacer la solución en agua o la disolución con agua.
 - 2.2. **Reactivos químicos**

Salvo indicación en contrario, todos los reactivos químicos utilizados deberán ser de calidad analítica.
3. **EQUIPO**
 - 3.1. **Listas de los aparatos**

Las listas de los aparatos mencionarán solamente los que están destinados a un uso especializado o los que implican especificaciones especiales.
 - 3.2. **Balanza analítica**

Balanza analítica significa una balanza capaz de pesar con sólo 0,1 mg de error.
4. **PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS**
 - 4.1. **Resultados**

El resultado indicado en el informe del análisis es el valor medio obtenido a partir por lo menos de dos valoraciones, para las cuales es satisfactoria la reproductibilidad.
 - 4.2. *Cálculo del porcentaje*

Salvo disposición en contrario, el resultado se calculará en porcentaje de la masa de la muestra.

4.3. Número de cifras significativas

El resultado sólo deberá contener el número de cifras significativas que exija la precisión del método de análisis.

5. ACTA DE LA PRUEBA

El acta de la prueba precisará el método de análisis utilizado así como los resultados obtenidos. Mencionará, asimismo, todos los detalles del procedimiento, no especificados en el método de análisis o facultativos, así como las condiciones que pueden haber influido en el resultado obtenido.

El acta de la prueba suministrará todas las informaciones que sean necesarias para identificar completamente la muestra.

MÉTODO I: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CAFÉINA

1. OBJETO Y ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método determina el contenido de cafeína en los extractos de café descafeinado.

2. DEFINICIÓN

Contenido en cafeína: contenido en cafeína tal como está determinado por el presente método.

3. PRINCIPIO

La cafeína se extrae de una porción de ensayo de la muestra, en un medio amoniacal. Después es sucesivamente purificada con éter dietílico sobre dos columnas cromatográficas, la primera en medio alcalino y la segunda en medio ácido. La cafeína es eluida a continuación a partir de la columna por cloroformo y se determina por espectrofotometría.

4. REACTIVOS

4.1. Acido sulfúrico, solución 2 M.

4.2. Hidróxido de sodio, solución 2 M.

4.3. Celite 545 o equivalente.

4.4. Solución de amoníaco, aproximadamente 4 M (preparar añadiendo un volumen de solución de amoníaco concentrado, p_{20} *circa* 0,9 g/ml, a 2 volúmenes de agua).

4.5. Éter dietílico, puro o vuelto a purificar por cromatografía sobre una columna de óxido de aluminio básico de grado de actividad 1 (ver punto 6.6).

Hacer pasar 800 ml de éter dietílico por una columna que contenga 100 g de óxido de aluminio. El éter dietílico así purificado deberá conservarse en frascos de vidrio oscuro hasta su utilización.

(Se puede utilizar también éter dietílico recién destilado y exento de peróxidos en lugar del éter dietílico purificado por cromatografía.)

Saturar el éter dietílico con agua.

4.6. Cafeína (trimetil-1,3,7-dihidroxipurina-2,6) pura, anhidra ($C_8H_{10}N_4O_2$).

4.7. Cloroformo, puro o vuelto a purificar por cromatografía según el método especificado en el punto 4.5 y saturado con agua.

5. EQUIPO

5.1. Columnas para cromatografía (ver figura 1), aproximadamente de 250 mm de largo, 21 mm (columna I) y 17 mm (columna II) de diámetro interior, provistas de llaves de paso.

5.2. Espectrofotómetro de absorción en el ultravioleta.

El espectrofotómetro deberá tener una precisión que llegue hasta una absorción de 0,004 en la gama utilizada.

5.3. Cubetas de sílice de un recorrido óptico de 10 mm.

5.4. Material corriente de laboratorio, en particular:

- 5.4.1. baño de agua hirviendo,
- 5.4.2. frascos aforados mediante una marca, de 50 ml, 100 ml, y 1 000 ml, conformes con el ISO 1042,
- 5.4.3. pipetas aforadas mediante una marca, de 2 ml y 5 ml, conformes con el ISO 648,
- 5.4.4. balanza analítica.

6. PROCEDIMIENTO

6.1. Preparación de la muestra de ensayo

Pesar con una aproximación de 0,1 mg, alrededor de 0,5 g de muestra de extracto de café secado, entre 0,5 y 0,7 g de muestra de extracto de café en pasta y entre 0,8 y 3,2 g de muestra de extracto de café líquido. Los dos últimos pesos deberán escogerse de forma que las muestras de ensayo contengan unos 0,5 g de extracto de café secado. Transvasar la muestra a un vaso de precipitados de 100 ml con 5 ml de solución de amoníaco (punto 4.4) y calentar durante dos minutos en el baño de agua hirviendo (punto 5.4.1). Añadir 6 g de celite (punto 4.3) y mezclar cuidadosamente.

6.2. Llenado de las columnas

6.2.1. *Columna I* (columna alcalina)

Fase A: mezclar cuidadosamente, amasando con la hoja de una espátula flexible, 3 g de celite (punto 4.3) y 2 ml de solución de hidróxido de sodio (punto 4.2), hasta que quede homogéneo (ver nota siguiente). Se obtendrá un polvo ligeramente húmedo. Transvasar este polvo en pequeñas fracciones (de unos 2 g) a una columna cromatográfica (punto 5.1), cuya parte inferior estará provista de un pequeño tampón de algodón o de lana de vidrio. Después de cada adición, comprimir ligeramente la muestra con un agitador de cristal, una de cuyas extremidades estará aplanada hasta el diámetro de la columna, hasta obtener una fase perfectamente homogénea y compacta. Se puede colocar al final de la fase A un pequeño tampón de algodón o de lana de vidrio.

Nota: El producto de llenado de la columna puede prepararse con anterioridad en gran cantidad y conservarse en recipientes cerrados.

Fase B: Transvasar la mezcla celite-muestra (punto 6.1) a la columna por encima de la fase A. Secar dos veces el vaso de precipitados con cantidades de alrededor de un gramo de celite (punto 4.3) y transvasarlo a continuación a la columna. Comprimir para obtener una fase homogénea y colocar un tampón de algodón o de lana de vidrio por encima de la fase B.

6.2.2. *Columna II* (columna ácida)

Colocar en una segunda columna, cuya parte inferior estará provista de un tampón de algodón o de lana de vidrio, 3 g de celite (punto 4.3) y 3 ml de solución de ácido sulfúrico (punto 4.1), cuidadosamente mezclados en las mismas condiciones que para la fase A en el punto 6.2.1 (ver la nota al final de ese apartado). Poner un tampón de algodón o de lana de vidrio por encima de la capa para evitar cualquier erosión.

6.3. Cromatografía

Montar las columnas una sobre la otra de forma que la salida de la columna I pueda caer gota a directamente sobre la columna II. Hacer pasar 150 ml de éter dietílico (punto 4.5) a través de las dos columnas. Mantener la llave de la columna I abierta. Regular la llave de la columna II de forma que una cierta cantidad de líquido sobrenade por encima de la fase. Retirar la columna I. Hacer pasar 50 ml de éter dietílico (punto 4.5) a través de la columna II, utilizando la porción inicial para lavar la extremidad de la columna I, y hacer pasar igualmente esta porción por la columna II. Desechar los efluentes procedentes de la columna II.

Nota: el éter dietílico utilizado podrá volverse a purificar agitándolo con sulfato de hierro (II).

Hacer pasar una corriente de aire por lo alto de la columna II, manteniendo la llave abierta (por ejemplo, utilizando un balón de caucho inflado), hasta que no salga más éter dietílico de la columna y el aire que escapa por la llave no tenga más que un muy ligero olor a éter dietílico (ver nota siguiente). Eluir la columna II con 45 a 50 ml de cloroformo (punto 4.7). Recoger lo eluido en un frasco aforado de 50 ml (punto 5.4.2), enrasar con cloroformo (punto 4.7) y mezclar cuidadosamente.

El flujo de éter dietílico y de cloroformo en las condiciones normales de salida debe ser de 1,5 a 3 ml/min. Si el flujo es más rápido, puede suponerse que existen fisuras.

Nota: El operador deberá trabajar bajo una campana convenientemente ventilada para no respirar los vapores de disolvente y para prevenir los riesgos de explosión.

6.4. Medida espectrofotométrica (ver figura 2)

6.4.1. Medición de la solución de ensayo

Evitando los errores debidos a la evaporación del cloroformo, medir la densidad óptica de la solución clorofórmica de cafeína (punto 6.3) en cubetas de sílice (punto 5.3) en relación al cloroformo (punto 4.7) a 276 nm (absorción máxima) y a 306 nm para verificar la pureza de la cafeína obtenida.

Si la densidad óptica a 276 nm sobrepasa 1,3, volver a medir sobre una parte diluida de la solución de ensayo. En tal caso tener en cuenta el factor de disolución; los factores que intervienen en las fórmulas del punto 7.1 deberán modificarse en consonancia. Si la densidad óptica medida a 276 nm es inferior a 0,2, repetir la medición utilizando una muestra de ensayo más importante.

6.4.2. Preparación y medición de la solución de referencia

Preparar una solución de referencia de cafeína de la forma siguiente:

Pesar con una aproximación de 0,1 mg 100 ± 20 mg de cafeína pura anhidra (punto 4.6). Ponerlos en un frasco aforado de 1 000 ml (punto 5.4.2), disolver en cloroformo y enrasar. Extraer con una pipeta (punto 5.4.3) 5 ml de esta solución y completar hasta 50 ml con cloroformo.

Medir la densidad óptica de esta solución tal como se indica en el punto 6.4.1. La absorbancia corregida de la solución de referencia deberá ser del orden de 0,4.

6.5. Número de determinaciones

Efectuar por lo menos determinaciones sobre la misma muestra.

6.6. Prueba en blanco

Efectuar una prueba en blanco sobre los reactivos siguiendo la forma de actuar descrita anteriormente, pero sin muestra de ensayo. Antes de utilizar reactivos repurificados (ver puntos 4.5 y 4.7), volver a hacer una prueba en blanco para verificar su pureza.

7. PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

7.1. Fórmulas y modo de cálculo

El contenido en cafeína, expresado en porcentaje de la masa de materia seca de la muestra, será igual a:

$$\frac{5 \times 10^5 \times C \times A_1}{A_2 \times m \times p}$$

donde:

C = concentración de cafeína en la solución de referencia (punto 6.4.2) en g/ml,

A₁ = densidad óptica corregida del extracto purificado (punto 6.4.1) [Es decir, densidad óptica a 276 nm - 0,5 × (densidad óptica a 246 nm + densidad óptica a 306)],

A₂ = densidad óptica corregida de la solución de referencia de cafeína (punto 6.4.2) [es decir, densidad óptica a 276 nm - 0,5 × (densidad óptica a 246 nm + densidad óptica a 306 nm)],

m = masa en gramos de la muestra de ensayo,

p = contenido en materia seca, expresado en porcentaje de la masa de la muestra, determinado según los métodos 2 o 3 (Anexo II).

7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados independientes de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o rápidamente una a continuación de la otra, sobre la misma muestra, por el mismo analista y en las mismas condiciones, no deberá sobrepasar 0,01 g de cafeína por 100 g de muestra.

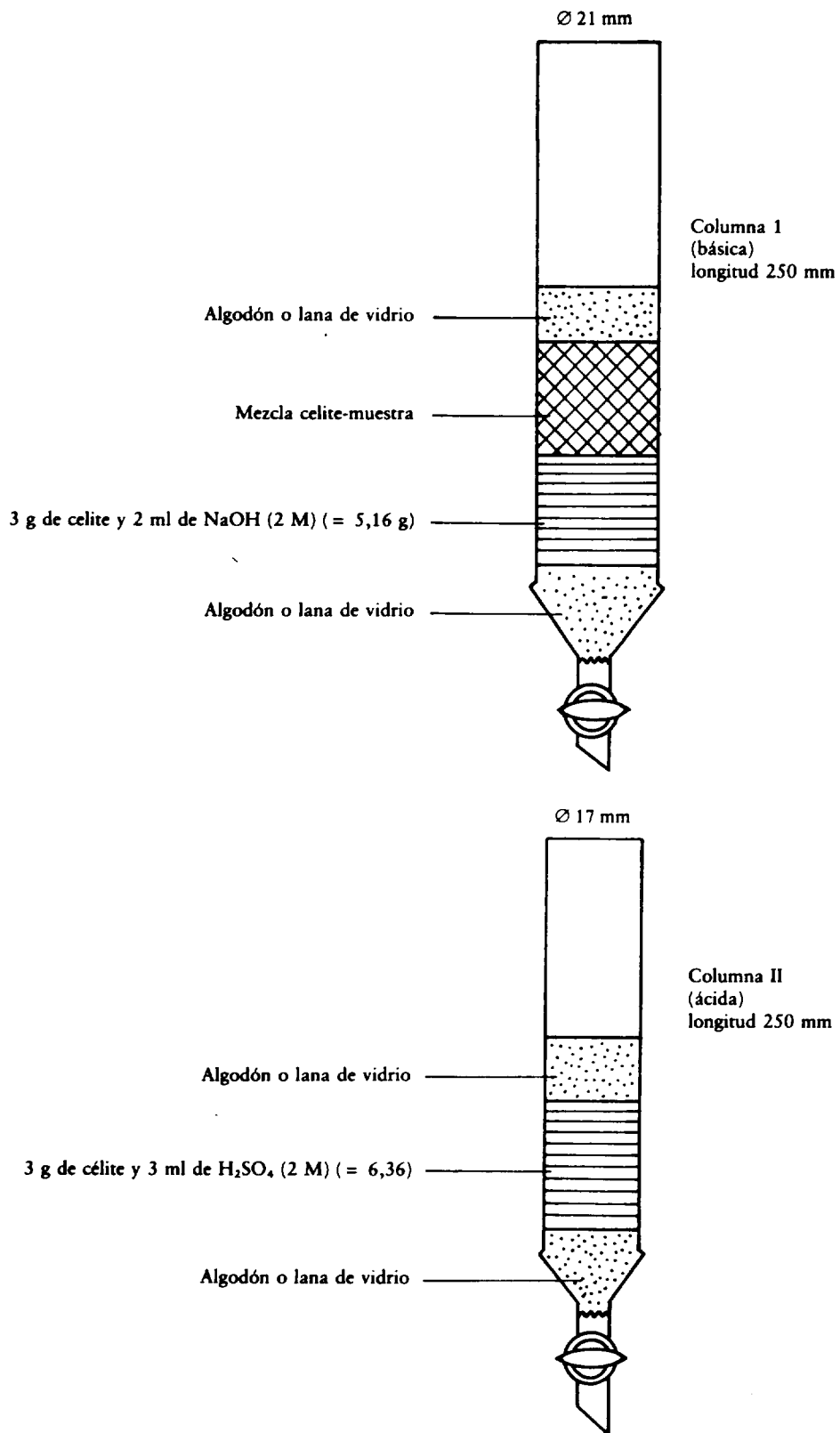


Figura 1
Columnas cromatográficas

Cubetas en sílice con 10 mm de recorrido óptico
 Disolvente: cloroformo
 Blanco cloroformo

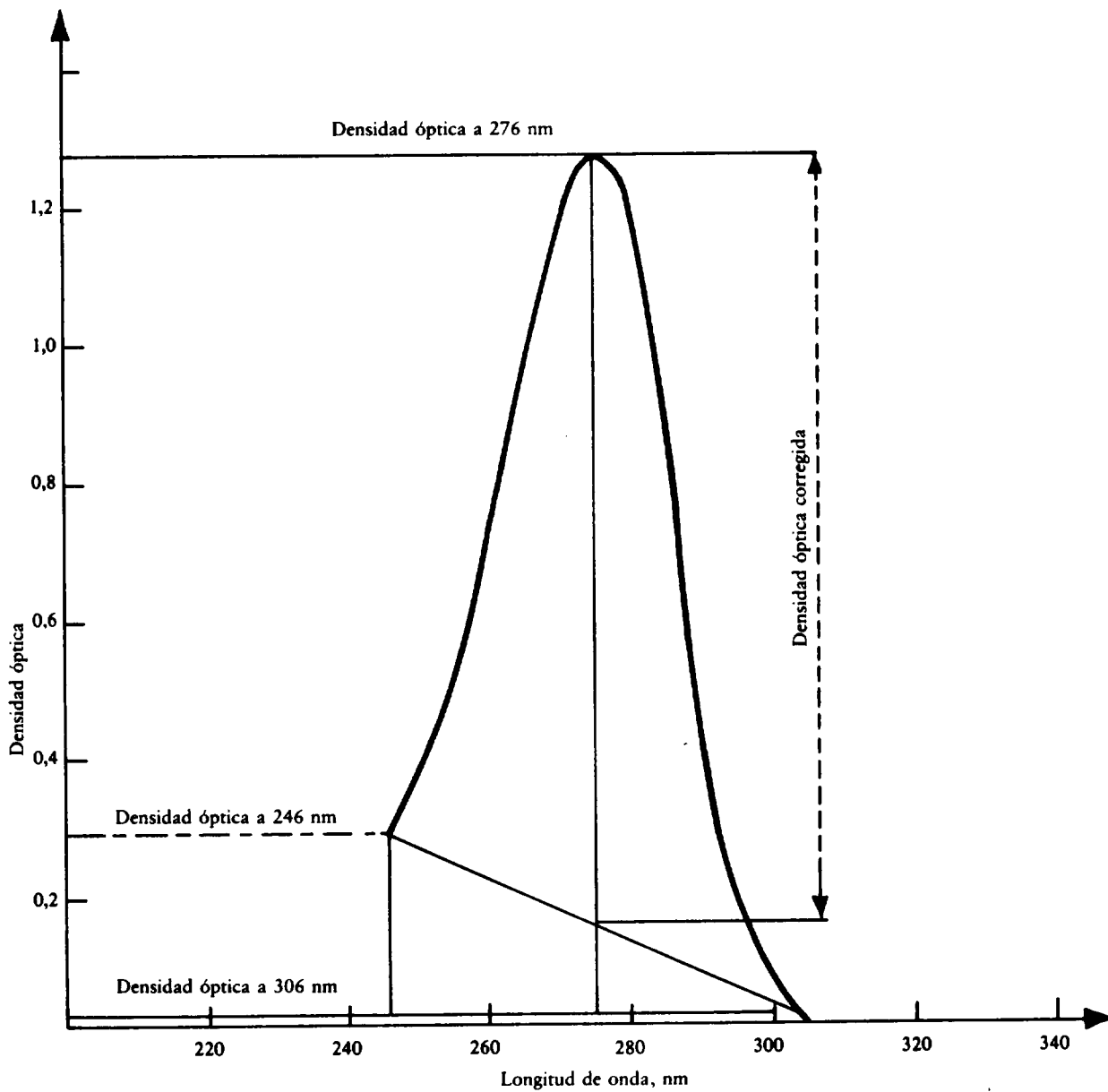


Figura 2:
 Medidas espectrofotométricas

MÉTODO 2: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN MATERIA SECA**1. OBJETO Y ÁMBITO DE APLICACIÓN**

Este método permite determinar el contenido en materia seca de los extractos de café y de achicoria, de los extractos de café y de achicoria solubles, de los cafés y achicorias solubles y de los cafés y achicorias instantáneos.

2. DEFINICIÓN

Contenido en materia seca: contenido en materia seca tal como se determina por el presente método.

3. PRINCIPIO

La masa residual de la muestra de ensayo se determina después de secarla durante 16 horas en una estufa de vacío, a una temperatura de 70 °C y una presión de 5,0 k Pa y se calcula en porcentaje de la masa de la muestra.

4. EQUIPO

4.1. Cápsulas para pesar, de fondo plano, que resistan al ataque de la muestra y a las condiciones de la prueba, y que tengan unos 50 mm de diámetro y 30 mm de alto y provistas de unas tapas herméticas. Son convenientes cápsulas en aluminio y acero inoxidable.

4.2. Estufa de vacío, de calentamiento eléctrico, con temperatura regulada por un termostato a 70 ± 1 °C para todo el volumen de la estufa, provista de un termómetro de precisión regulado a 70 °C, que indique la temperatura en la proximidad de la batea y de una varilla graduada que indique la presión interna en kPa por encima de la presión cero. La temperatura interna de esta estufa deberá ser uniforme. Las bateas deberán construirse y montarse de forma que una buena transmisión del calor a las cápsulas (punto 4.1).

4.3. Estufa seca de calentamiento eléctrico, con temperatura regulada por un termostato a 102 ± 2 °C para todo el volumen de la estufa.

4.4. Bomba de vacío que permita obtener en la estufa de vacío (punto 4.2) una presión de como máximo 5,0 kPa.

4.5. Sistema de secado constituido por dos frascos de lavado de cristal llenos de glicerol de forma que formen burbujas y dos columnas de secado de cristal llenas de gel de sílice recién activado con un indicador de humedad.

El sistema de borboteo y el sistema de secado están conectados en serie con la estufa de vacío (punto 4.2), y las columnas de secado entre la estufa y el sistema de borboteo.

4.6. Desecador, provisto de gel de sílice recién activado (o de un desecante equivalente) y con un indicador de humedad.

4.7. Balanza analítica.

5. PROCEDIMIENTO**5.1. Preparación de las cápsulas**

Colocar las cápsulas y sus tapas, limpias, secas y vacías (punto 4.1) en una estufa de vacío (punto 4.3) regulada a 102 ± 2 °C durante una hora. Las tapas deberán estar colocadas al lado de las cápsulas para que todas las superficies estén expuestas al secado.

Sacar las cápsulas y las tapas de la estufa y ponerlas en un desecador (punto 4.6). Dejar enfriar y pesar la cápsula con su cubierta con una aproximación de 0,1 mg (M_0).

5.2. Muestra de ensayo

Levantar la tapa de la cápsula preparada (punto 5.1). Introducir lo más rápidamente posible unos 3 g de muestra en la cápsula y repartirla uniformemente en el fondo. Cerrar la tapa y pesar el conjunto con una aproximación de 0,1 mg (M_2). Si se debe efectuar más de una pesada, colocar las cápsulas tapadas en el desecador hasta que se hayan pesado todas las muestras y estén listas para ponerlas en la estufa.

- 5.3. Poner la cápsula y su tapa en la estufa de vacío por separado (punto 4.2).
- 5.4. Cerrar la estufa y reducir lentamente la presión (al menos 2 a 2 minutos y medio) hasta $5,0 \pm 0,1$ kPa.
- 5.5. Dejar que penetre el aire seco lentamente en la estufa a través del sistema de columnas y de borboteo (punto 4.5) a un ritmo de alrededor de una burbuja por segundo como lo que se observa en el líquido del sistema de borboteo.
- 5.6. Secar en la estufa de vacío a 70 ± 1 °C durante $16 \pm 1/2$ horas manteniendo la corriente de aire.
- 5.7. Al terminar el secado, dejar entrar lentamente el aire en la estufa (2 a 3 minutos) para evitar cualquier turbulencia que pudiera ocasionar la pérdida de una parte de la muestra contenida en la cápsula. Volver a poner la tapa sobre la cápsula correspondiente; introducir la cápsula tapada en el desecador (punto 4.6) y dejar enfriar hasta la temperatura ambiente.
- 5.8. Pesar con una aproximación de 0,1 mg la cápsula con su tapa y su contenido (M_1).

6 PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

6.1. Fórmula y modo de cálculo

El contenido en materia seca calculado en porcentaje de la masa de la muestra preparada viene dado por:

$$\frac{M_1 - M_0}{M_2 - M_0}$$

donde:

M_0 = masa de la cápsula provista de su tapa seca,

M_1 = masa de la cápsula provista de su tapa y de la muestra de ensayo después del secado,

M_2 = masa de la cápsula provista de su tapa y de la muestra de ensayo antes del secado.

Tomar como resultado la media aritmética de los resultados de dos determinaciones, asegurándose de que la repetibilidad (punto 6.2) es satisfactoria.

6.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones, efectuadas simultáneamente o inmediatamente una a continuación de la otra sobre la misma muestra, por el mismo analista y en las mismas condiciones, no podrá sobrepasar 0,06 g de materia seca por 100 g de muestra.

MÉTODO 3: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN MATERIA SECA

1. OBJETO Y ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método permite determinar el contenido en materia seca del:

- extracto de café líquido,
- extracto de achicoria líquida,
- extracto de café en pasta,
- extracto de achicoria en pasta.

2. DEFINICIÓN

Contenido en materia seca: contenido en materia seca tal como se determina por este método.

3. PRINCIPIO

Se mezclan muestras de ensayo de las muestras con arena de mar, luego se secan durante 16 horas en una estufa de vacío a una temperatura de 70 °C y una presión de 5 kPa. La masa residual se calcula en porcentaje de la masa de la muestra.

4. REACTIVOS

Arena de mar, lavada en ácido, Luego en agua hasta eliminar el ácido y después calcinada.

5. EQUIPO

5.1. Cápsulas para pesar, de fondo plano, que resistan al ataque de la muestra y a las condiciones de la prueba, que tengan unos 80 mm de diámetro y provistas de tapas herméticas.

5.2. Varillas de vidrio de una longitud tal que puedan reposar a lo largo en las cápsulas (punto 5.1), por ejemplo de 50 a 75 mm de largo.

5.3. Estufa de vacío, de calentamiento eléctrico, con temperatura regulada a 70 ± 1 °C con ayuda de un termostato para todo el volumen de la estufa, provista de un termómetro de precisión regulado a 70 °C, que indique la temperatura en la proximidad de la batea y de una varilla graduada que indique la presión interna en kPa por encima de cero.

La temperatura interna de esta estufa deberá ser uniforme. Las Bateas deberán construirse y montarse de forma que aseguren una buena transmisión del calor a las cápsulas (punto 5.1)

5.4. Bomba de vacío que permita obtener en la estufa de vacío (punto 5.3) una presión de como máximo 5,0 kPa.

5.5. Sistema de secado constituido por dos frascos de lavado de vidrio llenos de glicerol de forma que formen burbujas y dos columnas de secado de vidrio llenas de gel de sílice recién activado con un indicador de humedad.

El sistema de borboteo y el sistema de secado están conectados en serie con la estufa de vacío (punto 5.3) y las columnas de secado entre la estufa y el sistema de borboteo.

5.6. Desecador, provisto de gel de sílice recién activado (o de un desecante equivalente) y con un indicador de humedad.

5.7. Balanza analítica.

5.8. Baño de agua hirviendo.

6. PROCEDIMIENTO**6.1. Preparación de la cápsula para pesar**

Poner de 25 a 35 g de arena de mar (punto 4) en una cápsula para pesar (punto 5.1) con una varilla de vidrio (punto 5.2) y pesar. Introducir la cápsula con la arena de mar, su tapa y la varilla en la estufa de vacío (punto 5.3)

La tapa deberá estar colocada al lado de la cápsula para todas las superficies estén expuestas al secado.

Retirar la cápsula y su contenido, así como la tapa, de la estufa e introducirla en un desecador (punto 5.6).

Dejar enfriar y pesar la cápsula, su contenido y su tapa con una aproximación de 0,1 mg.

Repetir hasta obtener un peso constante (M_0).

6.2. Muestra de ensayo

Levantar la tapa de la cápsula preparada (punto 6.1). Introducir (lo más rápidamente posible) una porción de muestra que contenga materia seca correspondiente a 0,1 a 1 g. Pesar con una aproximación de 0,1 mg la cápsula, su contenido y la muestra de ensayo, y su tapa (M_2).

6.3. Mezclar cuidadosamente la arena de mar y la muestra con la varilla de vidrio (punto 5.2). Si la mezcla no se efectúa bien, añadir un poco de agua para facilitar la operación.

Calentar en el baño de agua (punto 5.8) agitando de cuando en cuando hasta obtener una mezcla arenosa perfectamente homogénea. Si la mezcla tiende a aglomerarse o a formar una costra, remover o fraccionar constantemente para prevenir cualquier aglomeración.

6.4. Introducir la cápsula provista de su tapa en la estufa de vacío por separado (punto 5.3).

6.5. Cerrar la estufa y reducir lentamente la presión (por lo menos de 2 a 2 minutos y medio) hasta $5,0 \pm 0,1$ kPa.

6.6. Dejar que penetre lentamente el aire seco en la estufa a través del sistema de columnas y de borboteo (punto 5.5) a un ritmo de alrededor de una burbuja por segundo como lo que se observa en el líquido del sistema de borboteo.

- 6.7. Secar en la estufa de aire a 70 ± 1 °C durante durante $16 \pm 1/2$ horas manteniendo una corriente de aire.
- 6.8. Al terminar el secado, dejar entrar lentamente el aire en la estufa (2 a 3 minutos) para evitar cualquier turbulencia que pudiera ocasionar la pérdida de una parte de la muestra contenida en la cápsula. Volver a poner la tapa sobre la cápsula correspondiente; introducir la cápsula tapada en el desecador (punto 5.6) y dejar enfriar a la temperatura ambiente.
- 6.9. Pesar con una aproximación de 0,1 mg la cápsula con su tapa y su contenido (M_1).

7. PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

7.1. Fórmula y modo de cálculo

El contenido en materia seca calculado en porcentaje de la masa de la muestra preparada, viene dado por:

$$\frac{M_1 - M_0}{M_2 - M_0} \times 100$$

donde:

M_0 = masa de la cápsula provista de su tapa seca,

M_1 = masa de la cápsula provista de su tapa y de la muestra de ensayo después del secado,

M_2 = masa de la cápsula provista de su tapa y de la muestra de ensayo antes del secado.

Tomar como resultado la media aritmética de los resultados de dos determinaciones, asegurándose de que la repetibilidad (punto 7.2) es satisfactoria.

7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones, efectuadas simultáneamente o inmediatamente una a continuación de la otra sobre la misma muestra, por el mismo analista y en las mismas condiciones no, podrá sobrepasar 0,06 g de materia seca por 100 g de muestra.
