I. Disposiciones generales

MINISTERIO DE ECONOMIA Y HACIENDA

2692 *CORRECCION de errores de la Circular número 995, de 2 de enero de 1989, de la Dirección General de Aduanas e Impuestos Especiales, sobre instrucciones de uso del Documento Unico Aduanero (D.U.A.).*

Advertidos errores en el texto remitido para su publicación de la Circular 995 de 2 de enero de 1989, inserta en el «Boletín Oficial del Estado» número 15, de 18 de enero de 1989, sobre instrucciones de uso del Documento Unico Aduanero (D.U.A.), se transcriben a continuación las oportunas rectificaciones:

Página 1357, 2.ª columna, donde dice: «BO CERVEZA GRADO ≤PLATO 11.», debe decir: «BO CERVEZA GRADO PLATO <11.».

Página 1358, donde dice: «FO CIGARRILLOS PUROS Y CIGARRITOS.», debe decir: «FO CIGARROS PUROS Y CIGARRITOS.».

MINISTERIO PARA LAS ADMINISTRACIONES PUBLICAS

2693 *REAL DECRETO 115/1989, de 3 de febrero, por el que se crea la delegación española en las negociaciones sobre Fuerzas Armadas convencionales en Europa, y sobre medidas de fomento de la confianza y la seguridad.*

Al término de la Reunión de Viena, que se inició el 4 de noviembre de 1986, el proceso de la Conferencia de Seguridad y Cooperación en Europa, que efectúa el seguimiento de los acuerdos de Helsinki de 1975, se desarrollará en el ámbito de la seguridad militar a través de dos negociaciones.

Hasta ahora la presencia española en la Conferencia de Viena ha estado asegurada mediante la delegación creada por Real Decreto 2347/1986, de 7 de noviembre. Pero, concluida esta conferencia, se hace necesario proceder a la supresión de la citada delegación y a la creación de una nueva delegación única para estas dos negociaciones, diferenciadas pero relacionadas entre sí, que se iniciarán simultáneamente en la ciudad de Viena.

La primera negociación sobre Fuerzas Armadas convencionales en Europa, que se celebrará en el marco de la Conferencia de Seguridad y Cooperación en Europa (CSCE), pero conservando su autonomía reunirá a los 23 Estados sobre cuyas Fuerzas Armadas se apoya la relación fundamental de seguridad en Europa. Sus objetivos serán reforzar la estabilidad y la seguridad en Europa, del Atlántico a los Urales.

La segunda negociación sobre medidas de fomento de la confianza y la seguridad -en la que tomarán parte los 35 Estados participantes en la CSCE- tendrá como finalidad ampliar los resultados ya conseguidos en la conferencia de Estocolmo (1984-1986) con la preparación de una serie de medidas creadoras de confianza y seguridad, a fin de reducir el riesgo de confrontación militar en Europa.

En su virtud, a iniciativa del Ministro de Asuntos Exteriores y a propuesta del Ministro para las Administraciones Públicas, previa deliberación del Consejo de Ministros en su reunión del día 3 de febrero de 1989,

DISPONGO:

Artículo 1.° Se crea, con el carácter de representación permanente, la delegación encargada de representar a España durante el desarrollo de las negociaciones sobre Fuerzas Armadas convencionales en Europa, y sobre medidas de fomento de la confianza y la seguridad.

Art. 2.° El Jefe de dicha delegación, con categoría equivalente a Embajador, será designado por Real Decreto a propuesta del Ministro de Asuntos Exteriores.

Art. 3.° El Ministro de Asuntos Exteriores podrá designar un Jefe adjunto para las negociaciones sobre Fuerzas Armadas convencionales en Europa, y un Jefe adjunto para las negociaciones sobre medidas de fomento de la confianza y la seguridad, que colaborarán con el Jefe de la delegación en el desarrollo de sus actividades específicas.

Art. 4.° Por tratarse de unas negociaciones cuyo contenido específico atañe a la seguridad militar, el Ministro de Defensa propondrá al Ministro de Asuntos Exteriores el nombramiento de Consejeros de Defensa con carácter permanente.

Dichos Consejeros de Defensa se integrarán en la delegación española a fin de tomar parte en las negociaciones y asesorar al Jefe de la delegación, actuando bajo la dependencia del mismo.

DISPOSICIONES ADICIONALES

Primera.–Se suprime la Delegación Española en la Conferencia de Seguridad y Cooperación en Europa.

Segunda.–La Delegación creada por este Real Decreto se hará cargo de las situaciones pendientes de liquidación correspondientes a la Delegación Española en la Conferencia de Seguridad y Cooperación en Europa, una vez que ésta haya cesado en sus funciones.

Tercera.–Los locales y medios materiales puestos a disposición de la Delegación Española en la Conferencia de Seguridad y Cooperación en Europa, serán asignados a la nueva Delegación creada por el presente Real Decreto.

DISPOSICIONES FINALES

Primera.–El Ministro de Asuntos Exteriores, previo cumplimiento de los trámites legales oportunos, dictará las disposiciones necesarias para el desarrollo de lo previsto en el presente Real Decreto y promoverá las restantes medidas para la aplicación de lo dispuesto en el mismo.

Segunda.–Por el Ministerio de Economía y Hacienda se realizarán las modificaciones presupuestarias precisas para el cumplimiento de lo ordenado en este Real Decreto.

Tercera.–Queda derogado el Real Decreto 2347/1986, de 7 de noviembre, por el que se crea la Delegación Española en la Conferencia de Seguridad y Cooperación en Europa.

Cuarta.–El presente Real Decreto entrará en vigor el día siguiente al de su publicación en el «Boletín Oficial del Estado».

Dado en Madrid a 3 de febrero de 1989.

JUAN CARLOS R.

El Ministro para las Administraciones Públicas.
JOAQUIN ALMUNIA AMANN

MINISTERIO DE RELACIONES CON LAS CORTES Y DE LA SECRETARIA DEL GOBIERNO

2694 *ORDEN de 26 de enero de 1989 por la que se aprueban determinados métodos oficiales de análisis para el control de los criterios de pureza de determinados aditivos alimentarios.*

La situación motivada por nuestra entrada en la Comunidad Económica Europea hace necesario armonizar nuestra legislación con la comunitaria, especialmente con lo dispuesto en la Directiva de la Comisión 81/712/CEE, de 28 de julio («Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257, de 10 de septiembre de 1981), sobre fijación de los métodos de análisis comunitarios para el control de los criterios de pureza de determinados aditivos alimentarios. Esta uniformidad de criterios bastaría por sí sola para conferir el carácter de básica a la presente norma.

Al mismo tiempo, la presente Orden pretende dar cumplimiento a las exigencias requeridas por el Tribunal Constitucional en el sentido de qué normas y qué preceptos concretos de las mismas reúnen aquellas características que las confieran el carácter de normas básicas.

En este sentido, «la determinación, con carácter general, de los requisitos sanitarios de las reglamentaciones técnico-sanitarias de los alimentos, servicios o productos, directa o indirectamente relacionados con el uso y consumo humanos» corresponde a la Administración del Estado, en virtud de lo dispuesto en el artículo 40.2 de la Ley 14/1986, de 25 de abril, General de Sanidad («Boletín Oficial del Estado» del 29).

Por su parte, el artículo 4.°1 g) de la Ley 26/1984, de 19 de julio, General para la Defensa de los Consumidores y Usuarios («Boletín Oficial del Estado» del 24), establece como parte integrante de aquellas reglamentaciones técnico-sanitarias, entre otros extremos, «los métodos oficiales de análisis, toma de muestras, control de calidad e inspección», de los productos citados. Y el artículo 39.1 de la misma Ley establece, entre otras cosas, que «corresponderá a la Administración del Estado» «elaborar y aprobar ... las Reglamentaciones técnico-sanitarias...».

De estos preceptos, tomados conjuntamente, parece deducirse un apoyo legal suficiente para que el Estado regule los métodos oficiales de análisis otorgándoles el carácter de norma básica.

No obstante y con independencia de los citados preceptos con rango de ley formal, el conjunto de la jurisprudencia sentada por el propio Tribunal Constitucional relativa, entre otros extremos, a los principios de «unidad de mercado», «a las condiciones básicas que garanticen la igualdad de todos los españoles» y, en particular, en su «derecho a la salud» o a la «libre circulación de bienes en todo el territorio español», se considera que constituye un apoyo legal aún más firme, si se piensa que la sanción de unos métodos únicos y uniformes, que sirvan de pauta aplicable al análisis de los productos alimenticios y a los indirectamente relacionados con ellos por parte de todas las Administraciones Públicas, en todo el territorio nacional y que, al mismo tiempo, permita homologar los resultados obtenidos con el resto de los países comunitarios, debe reservarse al Estado como competencia exclusiva.

En su virtud, a propuesta de los Ministros de Economía y Hacienda, de Industria y Energía; de Agricultura, Pesca y Alimentación, y de Sanidad y Consumo, oídos los sectores afectados, y previo informe preceptivo de la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria,

Este Ministerio de Relaciones con las Cortes y de la Secretaría del Gobierno, dispone:

Artículo 1.° Se aprueban como oficiales los métodos de análisis para el control de los criterios de pureza de determinados aditivos alimentarios, contenidos en el anexo a la presente Orden.

Art. 2.° Cuando no existan métodos oficiales para determinados análisis y hasta tanto los mismos sean aprobados por el órgano competente y previamente informados por la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria, podrán ser utilizados los aprobados por los Organismos nacionales o internacionales de reconocida solvencia.

DISPOSICION ADICIONAL

Lo dispuesto en la presente Orden, por la que se aprueban determinados métodos oficiales de análisis para el control de los criterios de pureza de determinados aditivos alimentarios, se considerará norma básica de conformidad con lo dispuesto en el artículo 149.1.1.ª y 16 de la Constitución Española.

DISPOSICION DEROGATORIA

Quedan derogadas cuantas disposiciones de igual o inferior rango se opongan a lo establecido en la presente Orden.

Madrid. 26 de enero de 1989.

ZAPATERO GOMEZ

ANEXO

Métodos de análisis de aditivos alimentarios

INDICE

Colorantes:

1. Sustancias extraíbles con éter etílico de las materias colorantes organosulfonadas solubles en agua, destinadas a la alimentación humana.

Conservadores:

2. Acido fórmico, formiatos y otras impurezas oxidables en ácido acético (E 260) en acetato de potasio (E 261) en diacetato de sodio (E 262) y en acetado de calcio (E 263).
3. Sustancias no volátiles en ácido propiónico (E 280).
4. Pérdida de masa en la desecación del nitrito de sodio.
5. Prueba límite para la determinación del ácido salicílico en el éster etílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 214). En el derivado sódico del éster etílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 215), en el éster n-propílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 216), en el derivado sódico del éster n-propílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 217), en el p-hidroxibenzoato de metilo (E 218) y en el derivado sódico del éster metílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 219).
6. Acido acético libre en diacetato de sodio (E 262).
7. Acetato de sodio en diacetato de sodio (E 262).
8. Prueba límite de determinación de aldehidos en ácido sórbico (E 200) en sorbatos de sodio de potasio y de calcio (E 201, E 202, E 203) y en ácido propiónico (E 280).

Antioxidantes:

9. Indice de peróxidos de las lecitinas (E 322).
10. Sustancias insolubles en tolueno en las lecitinas.
11. Prueba límite de sustancias reductoras en los lactatos de sodio, de potasio y de calcio (E 325, E 326 y E 327).
12. Acidos volátiles en el ácido ortofosfórico (E 338).
13. Prueba límite de nitratos en ácido ortofosfórico (E 338).
14. Sustancias insolubles en agua presentes en los ortofosfatos monosódico, disódico y trisódico y en los ortofosfatos monopotásico, dipotásico y tripotásico (E 339i, E 339ii, E 339iii, E 340ii, E 340iii).

Generalidades:

15. pH.

1. Determinación de las sustancias extraíbles con éter etílico de las materias colorantes organosulfonadas solubles en agua destinadas a la alimentación humana

1.1 *Principio:*

Extracción del colorante con ayuda de éter etílico y pesada del residuo seco tras evaporación del éter.

El método permite determinar las sustancias extraíbles con éter etílico en las materias colorantes organosulfonadas solubles en el agua no mezcladas con una sustancia soporte.

1.2 *Material y aparatos:*

1.2.1 Aparato de extracción «Soxhlet».

1.2.2 Desecador con gel de sílice recién activado o de un deshidratante equivalente provisto de un indicador de humedad.

1.2.3 Balanza analítica, con sensibilidad de 0,1 miligramos.

1.2.4 Estufa controlada termostáticamente a 85° ± 2°C.

1.3 *Reactivos:*

Eter etílico seco, exento de peróxidos (secado con cloruro de calcio recién calcinado).

1.4 *Procedimiento:*

Sobre un trozo de papel de filtro pesar, con aproximación de 0 miligramos, unos 10 gramos de muestra de materias colorantes. Plegar el papel, introducirlo en un cartucho de extracciones y taparlo con un trozo de algodón exento de materias grasas. Extraer durante seis horas con éter etílico (1.3.1) en un aparato de extracción de «Soxhlet» (1.2.1). Evaporar a temperatura tan baja como sea posible. Poner el matraz del extractor, previamente pesado y que contenga el residuo, en la estufa (1.2.4). Secar a 85°C ± 2°C durante veinte minutos. Dejar enfriar el matraz, cubierto con un vidrio de reloj, en el desecador (1.2.2) y pesar a continuación el matraz con el residuo.

Repetir el secado y la pesada hasta que dos pesadas sucesivas difieran en menos de 0,5 miligramos. En el supuesto de un aumento de masa se tendrá en cuenta para el cálculo la cifra más baja registrada.

1.5 *Cálculos:*

La proporción de sustancias extraíbles con éter etílico, en porcentaje de la muestra, viene expresada por la siguiente formula:

$$\frac{m_1 \times 100}{m_o}$$

siendo:

m_1 = masa, en gramos, del residuo de extracciones.
m_o = masa inicial, en gramos, de muestra tomada.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones, por el mismo analista, sobre la misma muestra, no deberá pasar de 200 miligramos por 100 gramos de muestra.

1.6 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE), «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.

2. Determinación del ácido fórmico, formiatos y otras impurezas oxidables en el ácido acético (FE 260), en el acetato de potasio (E 261), en el diacetato de sodio (E 262) y en el acetato de calcio (E 263)

2.1 *Principio:*

Tratamiento de la muestra con un exceso de permanganato de potasio en medio alcalino para formar dióxido de manganeso. Valoración por yodometría tras acidificación.

La concentración de impurezas oxidables se expresa en ácido fórmico.

El presente método permite determinar el ácido fórmico, los formiatos y otras impurezas, expresadas como ácido fórmico, en:

- Acido acético (E 260).
- Acetato de potasio (E 261).
- Diacetato de sodio (E 262).
- Acetato de calcio (E 263).

2.2 *Material y aparatos:*

2.2.1 Baño de agua.
2.2.2 Balanza analítica, con sensibilidad de 0,1 miligramos.

2.3 *Reactivos:*

2.3.1 Yoduro de potasio.
2.3.2 Permanganato de potasio 0,02 M.
2.3.3 Carbonato de sodio (anhidro).
2.3.4 Tiosulfato de sodio 0,1 M.
2.3.5 Solución de almidón soluble (al 1 por 100 aproximadamente m/v).
2.3.6 Acido sulfúrico diluido: 90 mililitros de ácido sulfúrico (P20°C = 1,84 g/ml) diluidos en agua hasta un volumen de 1 litro.

2.4 *Procedimiento:*

Si la muestra que debe analizarse fuese ácido libre, diluir unos 10 gramos pesados, con aproximación de 10 miligramos, en 70 mililitros de agua y añadir una solución que contenga 10 gramos de carbonato de sodio anhidro (2.3.3) disueltos en 30 mililitros de agua. Si la muestra fuese una sal, disolver unos 10 gramos, pesados con aproximación de 10 miligramos, en 100 mililitros de agua y añadir 1 gramo de carbonato de sodio anhidro (2.3.3) agitando hasta la disolución total. Añadir 20 mililitros de permanganato de potasio 0,02 M (2.3.2) y calentar en un baño de agua hirviendo (2.2.1) durante quince minutos. Después del enfriamiento, añadir 50 mililitros de ácido sulfúrico diluido (2.3.6) y 0,5 gramos de yoduro de potasio (2.3.1). Agitar la mezcla hasta la disolución del precipitado de dióxido de manganeso. Valorar con ayuda de una solución de tiosulfato de sodio 0,1 M (2.3.4) hasta el momento en que la solución tome una coloración amarillo pálido. Añadir entonces algunas gotas de una solución de almidón (2.3.5) y continuar la valoración hasta la decoloración completa.

2.5 *Cálculos:*

El porcentaje de ácido fórmico, de formiatos y de otras impurezas oxidables, expresado en ácido fórmico, se obtiene por la fórmula siguiente:

$$\frac{2{,}3\ b}{m_o} \times \left(\frac{100\ a}{b} - V \right)$$

siendo:

a = molaridad del permanganato de potasio.
b = molaridad del tiosulfato de sodio.
m_o = masa inicial de la muestra, expresada en gramos.
V = volumen expresado en mililitros del tiosulfato de sodio 0,1 M utilizado para la valoración.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista, sobre la misma muestra, no deberá pasar de 5 miligramos por 100 gramos de muestra.

2.6 *Observaciones:*

2.6.1 Un volumen de 11,3 mililitros de tiosulfato de sodio 0,1 M equivale a 0,2 por 100 de ácido fórmico en 10 gramos de muestra.
2.6.2 En ausencia de formiato, dicho volumen será de 20 mililitros, pero si hubiera más del 0,27 por 100 (m/m) de ácido fórmico), el exceso de $KMnO_4$ resultará insuficiente y se obtendrá un volumen fijo de 8 mililitros.

En tal caso, repetir la determinación con una muestra de menor peso.

2.7 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE), «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.

3. Determinación de las sustancias no volátiles en el ácido ropiónico (E 280)

3.1 *Principio:*

Evaporación y secado de la muestra a 103°C ± 2°C y posterior valoración gravimétrica del residuo obtenido.

El método permite dosificar las sustancias no volátiles en ácido propiónico (E 280).

3.2 *Material y aparatos:*

3.2.1 Cápsula de cuarzo o platino, capaz de contener 100 gramos de muestra.
3.2.2 Estufa eléctrica regulable.
3.2.3 Balanza analítica, con sensibilidad de 0,1 miligramos.
3.2.4 Baño de agua.
3.2.5 Desecador con gel de sílice recién activado o de un deshidratante equivalente provisto de un indicador de humedad.

3.3 *Procedimiento:*

Pesar unos 100 gramos de ácido propiónico, con aproximación de 0,1 gramos, en una cápsula (3.2.1) previamente secada y pesada. Evaporar (en vitrina) en baño de agua hirviendo. Cuando se haya evaporado todo el ácido propiónico, desecar en estufa (3.2.2) a 103°C ± 2°C durante una hora. Poner en el desecador y dejar enfriar. Pesar. Repetir la operación hasta que dos pesadas sucesivas difieran en menos de 0,5 m. Si se produjera un aumento de masa, se tendrá en cuenta para el cálculo la cifra inferior.

3.4 *Cálculos:*

La proporción de sustancias no volátiles expresada en porcentaje de la muestra viene dada por la siguiente fórmula:

$$\frac{100 \times m_1}{m_o}$$

siendo:

m_1 = masa, en gramos, del residuo de evaporación.
m_o = masa inicial, en gramos, de la muestra tomada.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones, por el mismo analista, sobre la misma muestra, no deberá pasar de 5 miligramos por 100 gramos de muestra.

3.5 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE), «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.

4. Determinación de la pérdida de masa en la desecación del nitrito de sodio (E 250)

4.1 *Principio:*

Determinación de la pérdida de masa tras calentamiento a 103 °C ± 2 °C.

El presente método permite determinar la pérdida de masa en la desecación del nitrito de sodio (E 250).

4.2 *Material y apartatos:*

4.2.1 Estufa eléctrica regulable.
4.2.2 Cápsula de vidrio con fondo plano, de unos 60-80 mm de diámetro, con una profundidad de, al menos, 25 mm y provista de tapadera.
4.2.3 Desecador con gel de sílice recién activado o de un deshidratante equivalente provisto de un indicador de humedad.
4.2.4 Balanza analítica, con sensibilidad de 0,1 mg.

4.3 *Procedimiento:*

Introducir en la estufa (4.2.1) a 103 °C ± 2 °C la tapa y la cápsula de vidrio por separado, mantenerlas dentro una hora. Poner la tapadera sobre la cápsula (4.2.2) y dejarla enfriar en el desacador hasta temperatura ambiente.

(4.2.3) Pesar, con aproximación de 10 mg, la cápsula (4.2.2) provista de la tapadera, y en ella pesar, con aproximación de 10 mg, 10 g de muestra. Sacar la tapadera y poner durante una hora la cápsula y la tapadera en la estufa (4.2.1) a 103 °C ± 2 °C. Volver a poner la tapadera sobre la cápsula y dejarla enfriar en el desecador (4.2.3) hasta temperatura ambiente. Pesar de nuevo. Repetir las tres últimas operaciones (calentamiento, enfriamiento y pesada) hasta que la diferencia entre dos valores sucesivos no exceda de 10 mg. Si se produjera un aumento de masa, se tendrá en cuenta para el cálculo la cifra inferior.

4.4 *Cálculo:*

La pérdida de masa en la desecación, en tanto por ciento (m/m) de la muestra, viene dada por la fórmula siguiente:

$$\frac{100 \times (m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)}$$

siendo:

m_1 = masa, expresada en gramos, de la cápsula.
m_2 = masa, expresada en gramos, de la cápsula y de la muestra antes del secado.
m_3 = masa, expresada en gramos, de la cápsula y de la muestra tras el secado.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista, sobre la misma muestra, no deberá pasar de 100 g de muestra.

4.5 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE), «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.

5. Prueba límite para la determinación del ácido salicílico en el éster etílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 214) en el derivado sódico del éster etílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 215), en el éster n-propílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 216), en el derivado sódico del éster n-propílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 217), en el p-hidroxibenzoato de metilo (E 218) y en el derivado sódico del éster metílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 219)

5.1 *Principio:*

Cuando una solución contiene ácido salicílico, en presencia de sulfato doble de amonio y hierro (III), toma una coloración violeta cuya intensidad se compara con la obtenida por una solución de referencia.

El método permite determinar el ácido salicílico en el p-hidroxibenzoato de etilo (E 214), en el p-hidrobenzoato de n-propilo (E 216), en el p-hidroxibenzoato de metilo (E 218) y en sus derivados sódicos (E 21, E 217 y E 219).

5.2 *Material y aparatos:*

5.2.1 Tubo de Nessler de 60 ml de capacidad total, graduado a 50 ml.
5.2.2 Balanza analítica con sensibilidad de 1 mg.

5.3 *Reactivos:*

5.3.1 Solución al 0,2 por 100 (m/v) de sulfato de amonio y de hierro (III): en 50 ml de agua disolver 0,2 g de sulfato doble de amonio y de hierro (III) con 12 moléculas de agua de cristalización; añadir 10 ml de ácido nítrico diluido al 10 por 100 (v/v), enrasar con agua hasta 100 ml.
5.3.2 Etanol al 95 por 100 (v/v).
5.3.3 Solución de ácido salicílico que contenga 0,1 g/l.
5.3.4 Acido sulfúrico 1 M.

5.4 *Procedimiento:*

5.4.1 Muestras de p-hidroxibenzoato de etilo, de p-hidroxibenzoato de n-propilo y de p-hidroxibenzoato de metilo.

5.4.1.1 Disolver 0,1 g de la muestra que vaya a analizarse, pesados con precisión de 1 mg, en 10 ml de etanol al 95 por 100 (v/v) (5.3.2). Transferir la solución así obtenida a un tubo de Nessler graduado (5.2.1) y completar hasta 50 ml con agua. Agitar la mezcla y añadirle 1 ml de la solución de sulfato doble de amonio y de hierro (III) (5.3.1). Agitar de nuevo y dejar reposar un minuto.

5.4.1.2 De la misma manera, preparar una solución de referencia como se ha descrito en 5.4.1.1, pero utilizando 1 ml de la solución de ácido salicílico (5.3.3), en lugar de la muestra.

5.4.1.3 Comparar la coloración de la probeta que contenga la muestra que deba analizarse con la de la solución de referencia.

5.4.2 Muestras de los derivados sódicos del p-hidroxibenzoato de metilo, de etilo y de n-propilo.

5.4.2.1 Repetir la operación descrita en 5.4.1.1, acidificando el pH a 5 con ácido sulfúrico 1 M (5.3.4) antes de diluir a 50 ml.
5.4.2.2 Repetir la operación descrita en 5.4.1.2.
5.4.2.3 Repetir la operación descrita en 5.4.1.3.

5.5 *Cálculos:*

Interpretación de la prueba límite.

Si la coloración violeta que contiene la muestra que se analiza fuera más intensa que la de la solución de referencia, la prueba límite será positiva y la muestra contiene más del 0,1 por 100 del ácido salicílico.

El límite de detección de la prueba es de 30 mg de ácido salicílico por 100 g de muestra.

Los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones, por el mismo analista, sobre la misma muestra, deberán ser idénticos.

5.6 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE), «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.

6. Determinación del ácido acético libre en el diacetato de sodio (E 262)

6.1 *Principio:*

Neutralización del ácito acético por hidróxido de sodio en presencia de fenolftaleína.

El presente método permite controlar la presencia de ácido acético en el diacetato de sodio (E 262).

6.2 *Material y aparatos:*

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg.

6.3 *Reactivos:*

6.3.1 Solución al 1 por 100 (m/v) de fenolftaleína en etanol.
6.3.2 Hidróxido de sodio 1 M.

6.4 *Procedimiento:*

Pesar, con aproximación de 1 mg, unos 3 g de muestra, y disolverlos en 50 ml de agua. Añadir dos o tres gotas de la solución de fenolftaleína (6.3.1) y valorar con hidróxido de sodio 1 M (6.3.2) hasta el momento en que la coloración roja debida al viraje de la fenolftaleína persista cinco segundos.

6.5 *Cálculos:*

El contenido en ácido acético, expresado en tanto por ciento (m/m), viene dado por la fórmula siguiente:

$$\frac{6{,}005 \times V \times c}{m_o}$$

siendo:

V = volumen, en ml de la solución de hidróxido de sodio (6.3.2) utilizada para la valoración.
c = molaridad de la solución de hidróxido de sodio.
m_o = masa inicial, en gramos, de la muestra.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultáneamente y, en las mismas condiciones, por el mismo analista, sobre la misma muestra, no deberá pasar de 500 mg por 100 g de muestra (1).

6.6 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE), «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.

7. Determinación del acetato de sodio en el diacetato de sodio (E 262)

7.1 *Principio:*

Disolución previa de la muestra en ácido acético glacial y valoración con una solución de referencia de ácido perclórico en presencia de violeta cristal como indicador.

El método determina el acetato de sodio y el agua expresada como acetato, presentes en el diacetato de sodio (E 262).

7.2 *Material y aparatos:*

Balanza analítica, con sensibilidad de 0,1 mg.

7.3 *Reactivos:*

Advertencia: Algunos reactivos utilizados en este método son tóxicos y explosivos; procede pues manipularlos con precaución.

7.3.1 Acido acético glacial ($p_{20\,°C}$ = 1,049 g/ml) (para valorar en medio no acuoso).
7.3.2 Violeta cristal, solución indicadora al 0,2 por 100 (m/v) en ácido acético glacial.
7.3.3 Ftalato ácido de potasio $C_8H_5KO_4$.
7.3.4 Anhídrido acético $(CH_3CO)_2O$.
7.3.5 Acido perclórico 0,1 M en ácido acético glacial. Preparar y estandarizar éste como sigue:

Pesar P g de una solución de ácido perclórico en un matraz aforado de 1.000 ml provisto de tapón esmerilado de vidrio. Los P g serán calculados por la fórmula:

$$p = \frac{1.004{,}6}{m}$$

siendo:

m = concentración del ácido perclórico en tanto por ciento (m/m) determinada por valoración alcalimétrica. Una concentración de 70 – 72 por 100 (m/m) se considera adecuada.

Añadir unos 100 ml de ácido acético glacial y a continuación un total de Q g, en cantidades sucesivas, de anhídrido acético. Agitar y enfriar

(1) Observación.–Serán necesarios 20 ml de hidróxido de sodio 1 M para titular 3 g de muestra cuando esta última contenga un 40 por 100 de ácido acético.

la mezcla sin interrupción en el curso de las adiciones. Puede calcularse Q mediante la fórmula:

$$Q = \frac{(567 \times P) - 5.695}{a}$$

siendo:

P = cantidad pesada en gramos de ácido perclórico.
a = concentración en tanto por ciento (m/m) del anhídrido acético.

Tapar el matraz y dejar reposar durante veinticuatro horas fuera del alcance de la luz. Añadir a continuación el suficiente ácido acético glacial para obtener 1.000 ml de solución. La solución así preparada será prácticamente anhidra. Estandarizar como sigue la solución con ftalato ácido de potasio. Pesar, con aproximación de 0,1 mg, 0,2 g de ftalato ácido de potasio, previamente secado a 110 °C durante dos horas y disolverlos en 25 ml de ácido acético glacial en un matraz erlenmeyer, calentando éste suavemente. Enfriar. Añadir dos gotas de la solución al 0,2 por 100 (m/v) de violeta cristal (7.3.2) y valorar con la solución de ácido perclórico hasta que el indicador cambie a verde pálido.

Efectuar una valoración en blanco con el mismo volumen de disolvente y restarlo al valor encontrado anteriormente.

Cada 20,42 mg de ftalato ácido de potasio equivalente a 1 ml de ácido perclórico de concentración 0,1 M.

7.4 *Procedimiento:*

Pesar, con aproximación de 0,5 mg, unos 0,2 g de muestra, y disolverlos en 50 ml de ácido glacial (7.3.1). Añadir unas gotas del indicador violeta cristal (7.3.2) y valorar con la solución de ácido perclórico estándar 0,1 M (7.3.5) hasta el punto de viraje del indicador marcado por la aparición de una coloración verde pálida.

7.5 *Cálculos:*

La proporción de acetato de sodio con su agua de cristalización expresada en tanto por ciento (m/m) de la muestra, viene dada por la fórmula siguiente:

$$\frac{8{,}023 \times V \times c}{m_o}$$

siendo:

V = volumen, en ml del ácido perclórico estándar (7.4.5) utilizado para la valoración.
c = molaridad del ácido perclórico (7.3.5).
m_o = masa inicial, en gramos, de la muestra.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones, por el mismo analista, sobre la misma muestra, no deberá pasar de 1,5 g por 100 g de muestra.

7.6. *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE), «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.

8. Prueba límite de determinación de los aldehidos en el ácido sórbico (E 200) en los sorbatos de sodio, de potasio y de calcio (E 201, E 202, E 203) y en el ácido propiónico (E 280)

8.1 *Principio:*

Los aldehidos de la solución que se analiza reaccionan con el reactivo de Schiff produciendo un color rojo, cuya intensidad se compara con la de una solución de formaldehido de referencia a la que también se le añade el reactivo de Schiff.

Con esta prueba límite se determina la concentración en aldehidos, expresada en formaldehido, presentes en:

- Acido sórbido (E 200).
- Sorbatos de sodio, de potasio y de calcio (E 201, E 202, E 203).
- Acido propiónico (E 280).

8.2 *Reactivos:*

8.2.1 Solución de referencia que contenga 0,01 mg/ml de formaldehido, preparada por disolución de una solución concentrada de formaldehido (40 mg/ml).

8.2.2 Reactivo de Schiff: Disolver 0,5 g de fucsina y 9 g de isulfito sódico en 500 ml de agua y añadir 10 ml de HCl. Conservar en botella de cierre hermético y protegida de la luz.

8.3 *Procedimiento:*

Pesar, con aproximación de 1 mg, 1 g de la muestra. Añadir 100 ml de agua destilada y agitar. Filtrar la solución, si fuese necesario, y añadir a 1 ml del filtrado o de la solución, 1 ml de reactivo de Schiff (8.2.2).

Comparar la coloración de la solución de la muestra con la de la solución de referencia.

8.4 *Cálculos:*

Si la coloración roja del tubo que contiene la solución que se analiza fuera más intensa que la del tubo que contiene la solución de referencia, la prueba será positiva y la muestra contendrá más del 0,1 por 100 de aldehidos, expresados como formaldehido.

El límite de detección de la prueba es de 30 mg de formaldehido por 100 g de muestra.

Los resultados de dos pruebas límite paralelas, efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones, por el mismo analista, sobre la misma muestra, deberán ser idénticos.

8.5 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE), «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.

9. Determinación del índice de peróxidos de las lecitinas (E 322)

9.1 *Principio:*

Oxidación del yoduro de potasio por los peróxidos de las lecitinas y valoración del yodo liberado con tiosulfato de sodio.

El presente método permite la determinación del índice de peróxidos de las lecitinas (E 322).

9.2 *Material y aparatos:*

9.2.1 Balanza analítica, con sensibilidad de 0,1 mg.
9.2.2 Equipo (ver figura) constituido por:
9.2.2.1 Matraz de fondo redondo de 100 ml de capacidad.
9.2.2.2 Refrigerante de reflujo.
9.2.2.3 Tubo de vidrio de 250 mm de longitud y 22 mm de diámetro interior, con junta de vidrio esmerilado.
9.2.2.4 Recipiente, cuyas dimensiones externas serán: 35-50 mm de altura y 20 mm de diámetro.

9.3 *Reactivos:*

9.3.1 Acido acético glacial.
9.3.2 Cloroformo.
9.3.3 Yoduro de potasio.
9.3.4 Tiosulfato de sodio 0,1 M o 0,01 M.
9.3.5 Solución de almidón soluble (alrededor del 1 por 100 m/v).

9.4 *Procedimiento:*

Poner en el matraz de 100 ml (9.2.2.1) 10 ml de ácido acético glacial (9.3.1) y 10 ml de cloroformo (9.3.2). Fijar el tubo de vidrio (9.2.2.3) y el refrigerante de reflujo (9.2.2.2). Hacer hervir lentamente la mezcla durante dos minutos para eliminar todo el aire disuelto. Disolver 1 g de yoduro de potasio (9.3.3) en 1,3 ml de agua y añadir dicha solución en el matraz (9.2.2.1) cuidando de mantener la ebullición. Si en ese momento apareciera en el matraz una coloración amarilla, el análisis no será válido y habrá de comenzar de nuevo con reactivos recién preparados. Tras un nuevo período de ebullición de dos minutos, añadir al contenido del matraz (9.2.2.1) 1 g de muestra, pesada con aproximación de 1 mg., procurando no interrumpir la ebullición. Para ello, colocar la muestra en el recipiente (9.2.2.4) que se introducirá en el matraz por el tubo de vidrio (9.2.2.3), ayudándose de una varilla (ver figura), cuya extremidad inferior podrá ser desconectada durante esta rápida operación. Mantener la ebullición todavía durante 3-4 minutos. A continuación detener el calentamiento, desconectar inmediatamente el refrigerante (9.2.2.2) y añadir rápidamente 50 ml de agua por el tubo de vidrio (9.2.2.3). Sacar el tubo de vidrio (9.2.2.3) y enfriar el matraz (9.2.2.1) en agua corriente hasta temperatura ambiente. Valorar con tiosulfato de sodio (de concentración 0,1 M o 0,01 M) (9.3.4) hasta que la capa acuosa quede incolora. Añadir, justo antes del final de la valoración, 1 ml de la solución de almidón (9.3.5) y valorar hasta la desaparición de la coloración azul. Agitar bien el matraz (9.2.2.1) durante la valoración a fin de extraer completamente el yodo de la capa no acuosa.

Realizar asimismo una valoración en blanco.

9.5 *Cálculos:*

El índice de peróxidos de la muestra expresados en miliequivalentes/kg viene dado por:

$$\frac{1.000 \times a \times (V_1 - V_2)}{m_0}$$

siendo:

V_1 = volumen en ml de la solución de tiosulfato utilizado para la valoración de la muestra,
V_2 = volumen en ml de la solución de tiosulfato utilizado para el ensayo en blanco,
a = concentración de la solución de tiosulfato de sodio en mol/l.
m_0 = masa inicial, en gramos, de la muestra.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones, por el mismo analista, sobre la misma nuestra, no deberá pasar de 0,5, expresado en miliequivalente por kilogramo de muestra.

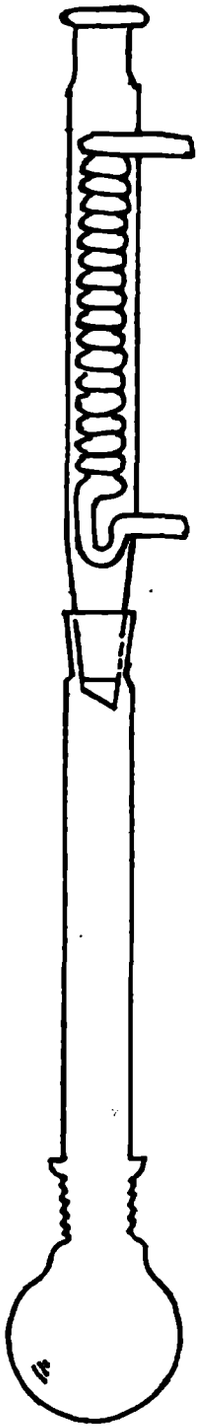
9.6 *Observaciones:*

9.6.1 La elección de la concentración de tiosulfato de sodio utilizado dependerá del resultado esperado. Si se utilizaran menos de 0,5 ml de tiosulfato de sodio de concentración 0,1 M, volver a hacer la determinación utilizando tiosulfato de concentración 0,01 M.

9.6.2 El análisis deberá hacerse evitando la luz intensa.

9.7 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE). «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.



9.2.2.2 Refrigerante de reflujo

9.2.2.3 Tubo de vidrio:
- longitud: 250 mm
- diámetro interno: 22 mm

9.2.2.1 Matraz de fondo redondo (100 ml)



9.2.2.4 Recipiente:
- diámetro externo: 20 mm
- altura: 35-50 mm

APARATOS PARA LA DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE PERÓXIDO EN LAS LECITINAS

10. Determinación de las sustancias insolubles en tolueno en las lecitinas

10.1 *Principio:*

Valoración gravimétrica después de la filtración de las impurezas insolubles en el tolueno y secado del residuo.

10.2 *Material y aparatos:*

10.2.1 Crisol de vidrio o porcelana filtrante tipo G 3.
10.2.2 Estufa eléctrica regulable.
10.2.3 Baño de agua a una temperatura no superior a 60 °C.
10.2.4 Desecador con gel de sílice recién activado o de un deshidratante equivalente provisto de un indicador de humedad.
10.2.5 Matraz erlenmeyer de 500 ml.
10.2.6 Bomba de vacío.
10.2.7 Balanza analítica, de sensibilidad 0,1 mg.

10.3 *Reactivos:*

Tolueno.

10.4 *Procedimiento:*

Secar el crisol de vidrio o porcelana filtrante (10.2.1) en estufa a 103 °C ± 2 °C (10.2.2). Dejar enfriar el crisol en desecador y pesarlo.

Homogeneizar la muestra de lecitina tras haberla calentado en el baño de agua (10.2.3) si fuera necesario. En el matraz erlenmeyer (10.2.5), pesar 10 g de muestra, con aproximación de 1 mg. Añadir 100 ml de tolueno (10.3.1) y agitar la mezcla hasta que se haya disuelto toda la lecitina. Filtrar la solución a través del crisol de vidrio o porcelana filtrante (10.2.1). Lavar el matraz erlenmeyer con 25 ml de tolueno (10.3.1) y filtrar las soluciones de enjuague a través del crisol (10.2.1). Repetir dicha operación con otros 25 ml de tolueno (10.3.1). Eliminar del crisol (10.2.1) el tolueno en exceso por aspiración al vacío.

Secar el crisol (10.2.1) y su residuo a 103° ± 2 °C durante dos horas en la estufa (10.2.2). Dejar enfriar el crisol en el desecador (10.2.4) y pesarlo a continuación. Repetir esta operación hasta que la desviación entre dos pesadas sucesivas sea inferior a 0,5 mg. En la hipótesis de un aumento de masa, se tendrá en cuenta para el cálculo la más baja de las cifras registradas.

10.5 *Cálculos:*

El contenido de sustancias insolubles en tolueno expresados en porcentaje se obtiene mediante la fórmula:

$$\frac{100\ (m_2 - m_1)}{m_0}$$

siendo:

m_1 = masa, expresada en gramos, del crisol vacío,
m_2 = masa, expresada en gramos, del crisol y de los residuos,
m_0 = masa inicial, expresada en gramos, de la muuestra,

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones, por el mismo analista, sobre la misma muestra, no debe pasar de 30 mg por 100 g de muestra.

10.6 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE). «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.

11. Prueba límite para la determinación de las sustancias reductoras en los lactatos de sodio, de potasio y de calcio (E 325, E 326 y E 327)

11.1 *Principio:*

Reducción del licor de Fehling por sustancias reductoras, que generalmente estarán constituidas por azúcares reductores.

El método permite la determinación cualitativa de sustancias reductoras en:

- lactato de sodio (E 325).
- lactato de potasio (E 326).
- lactato de calcio (E 327).

11.2 *Reactivos:*

11.2.1 Licor A de Fehling: Disolver 6,93 g de sulfato de cobre pentahidratado $Cu\,SO_4\,5H_2O$ en agua y enrasar a 100 ml.

11.2.2 Licor B de Fehling: Disolver 34,6 g de tartrato doble de sodio y de potasio ($KNaC_4\,H_4\,O_6\,4H_2O$) y 10 g de hidróxido de sodio en agua y enrasar a 100 ml.

11.3 *Procedimiento:*

Disolver 1 g de la muestra, pesado con aproximación de 1 mg, en 10 ml de agua caliente. Añadir 2 ml de licor A de Fehling (11.2.1) y 2 ml de licor B de Fehling (11.2.2). A continuación hacer hervir la mezcla durante un minuto y observar si hay cambio de color. La precipitación del sulfato de calcio, que se produce algunas veces, no interfiere en el método.

Efectuar un ensayo en blanco de los reactivos.

11.4 *Cálculos:*

Interpretación de la prueba límite.

Si hubiera cambiado de color tras la ebullición, la prueba es positiva, lo que indica la presencia de sustancias reductoras.

El límite de detección de sustancias reductoras es de 100 mg de glucosa en 100 g de muestra.

Los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones, por el mismo analista, sobre la misma muestra, deberán ser idénticas.

11.5 *Observaciones:*

Si la muestra contuviera un 2 por 100 de glucosa, todo el licor de Fehling reaccionará.

11.6 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE). «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.

12. Determinación de los ácidos volátiles en el ácido ortofosfórico (E 338)

12.1 *Principio:*

Disolución de la muestra y destilación de la solución. Valoración del destilado con una solución de hidróxido de sodio y cálculo de la acidez expresada como ácido acético.

El método permite detectar en el ácido ortofosfórico (E 338) los ácidos volátiles, expresados como ácido acético.

12.2 *Material y aparatos:*

Aparato de destilación provisto de trampa.

12.3 *Reactivos:*

12.3.1 Solución de fenolftaleína al 1 por 100 (m/v) en etanol.
12.3.2 Hidróxido de sodio 0,01 M.

12.4 *Procedimiento:*

En el matraz del aparato de destilación (12.2.1), pesar 60 g de muestra, con aproximación de 50 mg Añadir 75 ml de agua recién hervida y enfriada. Mezclar y destilar 50 ml de solución. Añadir al destilado unas gotas de solución de fenolftaleína (12.3.1) y valorar con hidróxido de sodio 0,01 M hasta que el primer tinte rojo persista diez segundos.

12.5 *Cálculos:*

El contenido en ácidos volátiles, expresado en mg/kg de ácido acético, se obtiene de la siguiente fórmula:

$$\frac{600 \times V}{m_0}$$

siendo:

V = volumen, en ml, de solución de hidróxido de sodio 0,01 M utilizado en la neutralización,
m_0 = masa, en gramos, de la muestra de ácido ortofosfórico.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones, por el mismo analista, sobre la misma muestra, no deberá pasar de 1 mg por 100 g de muestra.

12.6 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE). «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.

13. Prueba de límite para la determinación de nitratos en el ácido ortofósforico (E 338)

13.1 *Principio:*

Al adicionar carmín de índigo a la muestra en medio ácido se produce una decoloración por oxidación, debida a sustancias oxidantes incluyendo a los nitratos.

El método permite determinar los nitratos en el ácido ortofosfórico (E 338).

13.2 *Reactivos:*

13.2.1 Solución de carmín de índigo al 0,18 por 100 (m/v): Disolver 0,18 g de indigotina-di-sulfonato de sodio en agua y enrasar hasta 100 ml. Esta solución no deberá emplearse si se ha preparado hace más de sesenta días.

13.2.2 Solución de cloruro de sodio al 0,05 por 100 (m/v).
13.2.3 Acido sulfúrico concentrado (p_{20} = 1,84 g/ml).

13.3 *Procedimiento:*

Diluir 2,0 ml de muestra con la solución de cloruro de sodio (13.2.2) hasta un volumen de 10 ml Añadir 0,1 ml de la solución de carmín de índigo (13.2.1) y 10 ml de ácido sulfúrico concentrado (13.2.3) gota a gota y enfriando. Comprobar si la coloración azul de la solución persiste cinco minutos.

Efectuar un ensayo en blanco de los reactivos.

13.4 *Cálculos:*

Interpretación de la prueba límite:

Si la coloración azul desapareciera completamente en cinco minutos, el «test» será positivo y el contenido en sustancias oxidantes, expresado en nitrato de sodio, será superior a 5 mg/kg de muestra.

Los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones, por el mismo analista, sobre la misma muestra, deberán ser idénticos.

13.5 *Observaciones:*

Un resultado positivo significa que la muestra puede contener nitratos y otras sustancias oxidantes y la prueba deberá hacerse de nuevo utilizando el método ISO 3709-1976 «Acido fosfórico de uso industrial (incluídas las industrias alimentarias) –dosificación del óxido de nitrógeno– método espectrofotométrico al xilenol 3,4».

13.6 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE), «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.

14. Determinación de las sustancias insolubles en agua presentes en los ortofosfatos monosódico, disódico y trisódico y en los ortofosfatos monopotásico, dipotásico y tripotásico (E 339i, E 339ii, E 339iii, E 340i, E 340ii, E 340iii)

14.1 *Principio:*

Disolución de la muestra en agua y retención de sustancias insolubles por filtración. El residuo se seca y se expresa como materia insoluble en agua.

El método permite determinar las sustancias insolubles en agua que se encuentran en:

- ortofosfato monosódico (E 339i).
- ortofosfato disódico (E 339ii).
- ortofosfato trisódico (E 339iii).
- ortofosfato monopotásico (E 340i).
- ortofosfato dipotásico (E 340ii).
- ortofosfato tripotásico (E 340iii).

14.2 *Material y aparatos:*

14.2.1 Crisol de vidrio o porcelana filtrante tipo G 3.
14.2.2 Desecador con gel de sílice recién activado y provisto de un indicador de humedad.
14.2.3 Estufa eléctrica regulable.
14.2.4 Recipiente de polipropileno de 400 ml.
14.2.5 Baño de agua hirviendo.

14.3 *Procedimiento:*

Disolver 10 g de la muestra de fosfato, pesados con aproximación de 10 mg, en 100 ml de agua caliente contenida en un recipiente de polipropileno (13.2.4), mantener en baño de agua hirviendo (13.2.5) durante quince minutos. Filtrar la solución a través del crisol filtrante (14.2.1) previamente lavado, secado y pesado. Lavar el residuo insoluble con agua caliente y secar en la estufa (14.2.3) a 103° ± 2 °C. Tras el secado completo durante dos horas, dejar enfriar en un desecador y pesar. El secado será completo cuando la diferencia entre dos pesadas sucesivas no exceda de 0,5 mg En la hipótesis de un aumento de masa se tendrá en cuenta para el cálculo la más baja de las cifras registradas.

14.4 *Cálculos:*

El contenido en materias insolubles en agua expresados en porcentaje de la muestra viene dado por la fórmula siguiente:

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

siendo:

m_1 = masa, en gramos, del residuo después de secado.
m_0 = masa, en gramos, de la muestra.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones, por el mismo analista, sobre la misma muestra, no deberá pasar de 10 mg por 100 g de muestra.

14.5 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE). «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.

15. pH

15.1 *Principio:*

El pH de una solución acuosa se determina convencionalmente por medio de un pH-metro.

El método especifica las líneas generales para determinar el pH de los aditivos alimentarios.

15.2 *Material y aparatos:*

15.2.1 pH-metro de una precisión de 0,01 unidades de pH.
15.2.2 Electrodo, serie de electrodos de vidrio combinados o electrodo único de vidrio y electrodo de referencia.
15.2.3 Agitador magnético.
15.2.4 Termómetro graduado de 0 a 100 °C.

15.3 *Reactivos:*

15.3.1 Calibrar los instrumentos utilizando las siguientes soluciones tampón:

15.3.1.1 Soluciones tampón de pH 6,88 a 20 °C constituida por un volumen igual de fosfato monopotásico (KH_2PO_4) concentración 0,05 M y de ortofosfato disódico dihidratado ($Na_2HPO_4\,2H_2O$) concentración 0,50 M.
15.3.1.2 Solución tampón de pH 4 a 20 °C constituida por ftalato ácido de potasio ($C_8H_5KO_4$) concentración 0,05 M.
15.3.1.3 Solución tampón de pH 9,22 a 20 °C constituida por borato de sodio ($Na_2B_4O_7\,10H_2O$) concentración 0,05 M.

15.3.2 Solución de cloruro de potasio (KCl) de concentración 3M, o saturada, destinada al relleno de los electrodos de referencia, u otra solución apropiada especificada por el fabricante de electrodos.
15.3.3 Agua destilada, exenta de dióxido de carbono, que presente un pH entre 5 y 6.

15.4 *Procedimiento:*

Calibrar los electrodos de vidrio según las indicaciones del fabricante. Calibrar regularmente los electrodos usando soluciones tampón de pH exacto conocido.

Lavar los electrodos con agua y secarlos cuidadosamente con tela suave o incluso enjuagar los electrodos con agua y después enjuagarlos dos veces, con la solución que debe medirse o la solución patrón y ponerlos a continuación en la solución que deba medirse o la solución patrón.

Si la solución que deba medirse tuviera un pH ácido, las soluciones tampón utilizadas para comprobar el pH deberán ser las de pH 4 (15.3.1.2) y de pH 6,88 (15.3.1.1).

Si la solución que debe medirse tuviera un pH básico, las soluciones tampón utilizadas para comprobar el pH deberán ser las de pH 9,22 (15.3.1.3) y de pH 6,88 (15.3.1.1).

Determinación de la solución que deba medirse.

La concentración de la solución que deba medirse o la preparación de la solución que deba tenerse en cuenta deberá corresponder a las indicaciones de la legislación correspondiente.

Preparar la solución prescrita que deba medirse utilizando agua destilada (15.3.3) y mantener a 20 °C mientras se agita. Parar de agitar e introducir los electrodos (15.2.2) en la solución. Transcurridos dos minutos, leer el pH en el pH-metro (15.2.1).

15.5 *Cálculos:*

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones, por el mismo analista, sobre la misma muestra, no deberá pasar de 0,05 unidades de pH.

15.6 *Observaciones:*

Dicho método será aplicable únicamente cuando la legislación correspondiente establezca criterios de pH para aditivos alimentarios en solución o diluidos en el agua.

15.7 *Referencias:*

Primera Directiva de la Comisión de 28 de julio de 1981 (81/712/CEE). «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 257/1, de 10 de septiembre de 1981.