I. Disposiciones generales

MINISTERIO DE EDUCACION Y CIENCIA

3416 *REAL DECRETO 139/1989, de 10 de febrero, por el que se modifica la disposición adicional primera, 2, del Reglamento de Normas Básicas sobre Conciertos Educativos, aprobado por Real Decreto 2377/1985, de 18 de diciembre.*

La disposición adicional primera, 2, del Reglamento de Normas Básicas sobre Conciertos Educativos, aprobado por Real Decreto 2377/1985, de 18 de diciembre («Boletín Oficial del Estado» del 27), estableció que los conciertos que la Administración podía celebrar con los Centros que hubieran sido objeto de clasificación provisional o de autorización excepcional y transitoria, que atendieran necesidades urgentes de escolarización que no pudieran ser satisfechas de otro modo, tendrían una duración máxima de tres años improrrogables.

Dos circunstancias aconsejan modificar la mencionada disposición adicional primera, 2: De una parte, las posibilidades que algunos de los Centros a los que afecta tienen de obtener la clasificación definitiva y, de otra, las necesidades de escolarización que satisfagan.

Por ello se estima conveniente ofrecer a los Centros de Educación General Básica, con clasificación provisional o con autorización excepcional y transitoria, la posibilidad de suscribir concierto, si bien con las cautelas necesarias para garantizar que atienden realmente necesidades urgentes de escolarización y que su funcionamiento se adecua, en todo momento, al régimen jurídico de autorización que les corresponde.

En su virtud, previo informe del Consejo Escolar del Estado, de acuerdo con el Consejo de Estado, a propuesta del Ministro de Educación y Ciencia y previa deliberación del Consejo de Ministros en su reunión del día 10 de febrero de 1989,

DISPONGO:

Artículo único.–Se modifica la disposición adicional primera, 2, del Reglamento de Normas Básicas sobre Conciertos Educativos, aprobado por Real Decreto 2377/1985, de 18 de diciembre, que queda redactada como sigue:

«2. No obstante lo dispuesto en la disposición anterior, la Administración podrá celebrar conciertos con aquellos Centros que, habiendo sido objeto de clasificación provisional o de autorización excepcional y transitoria, atiendan necesidades urgentes de escolarización que no puedan ser satisfechas de otro modo. Dichos conciertos se suscribirán por un año y podrán prorrogarse si, en dicho período, los Centros hubieran obtenido la clasificación definitiva o si subsisten las necesidades de escolarización que motivaron la suscripción del concierto.

En todo caso, los Centros con clasificación provisional o con autorización excepcional y transitoria, que suscriban concierto, se atendrán a cuanto dispongan las normas por las que se regule su régimen jurídico.»

DISPOSICION ADICIONAL

Las Administraciones educativas competentes podrán, en su caso, renovar los conciertos suscritos con Centros de Educación General Básica fuera de los plazos previstos en el Reglamento de Normas Básicas sobre Conciertos Educativos cuando en dichos Centros concurran los supuestos establecidos en la disposición adicional primera, 2, del mismo, cuya modificación se aprueba en la presente norma.

Dado en Madrid a 10 de febrero de 1989.

JUAN CARLOS R.

El Ministro de Educación y Ciencia,
JAVIER SOLANA MADARIAGA

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

3417 *ORDEN de 31 de enero de 1989 por la que se aprueban los métodos oficiales de análisis para el control de los extractos de café y de los extractos de achicoria.*

La situación motivada por nuestra entrada en la Comunidad Económica Europea hace necesario armonizar nuestra legislación con la correspondiente comunitaria, especialmente con lo dispuesto en la Directiva de la Comisión 79/1066/CEE, de 13 de noviembre («Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 327, de 24 de diciembre de 1979), sobre métodos para el control de los extractos de café y de los extractos de achicoria. Esta uniformidad de criterios bastaría por sí sola para conferir el carácter de básica a la presente norma.

Al mismo tiempo, sin embargo, 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 inspeción», 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, oídos los representantes de las organizaciones afectadas, previo informe preceptivo de la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria, y a propuesta de los Ministros de Economía y Hacienda, de Industria y Energía, de Agricultura, Pesca y Alimentación y de Sanidad y Consumo,

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 extractos de café y de los extractos de achicoria 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 los métodos oficiales de análisis para el control de los extractos de café y de los extractos de achicoria, 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, 31 de enero de 1989.

ZAPATERO GOMEZ

ANEXO

Métodos oficiales de análisis para el control de extractos de café y de los extractos de achicoria

Preparación de la muestra

La masa de muestra presentada al laboratorio debe ser de, al menos, 50 gramos. La muestra para análisis debe estar siempre bien mezclada antes de la pesada de la toma de ensayo.

Las muestras en polvo o en pasta deben ser sacadas del recipiente, los granos deben ser disgregados y la muestra mezclada de forma adecuada y colocada en un recipiente apropiado.

Las muestras líquidas deben ser mezcladas mediante un agitador.

La muestra debe siempre ser conservada en un recipiente impermeable al aire y a la humedad.

Reactivos

El agua destilada para disoluciones y lavados debe ser siempre destilada o desmineralizada de pureza equivalente.

Siempre que se haga referencia a la puesta en disolución o a la dilución, sin otra indicación, se entenderá en o con agua.

Salvo indicación en contra, todos los reactivos utilizados deben ser de calidad analítica.

Aparatos

Se mencionarán solamente aquellos aparatos destinados a un uso particular o que conlleven especificaciones especiales.

Se entiende por balanza analítica la capaz de apreciar 0,1 miligramos.

Expresión de resultados

El resultado indicado en el boletín de análisis es el valor medio obtenido a partir de al menos dos determinaciones, para las cuales la reproducibilidad es satisfactoria.

Salvo disposición en contra, el resultado será calculado en porcentaje de la masa de la muestra.

El resultado no debe contener más cifras significativas que las que exige la precisión del método de análisis.

El informe analítico precisará el método utilizado, así como los resultados obtenidos. Mencionará, además, todos los detalles del procedimiento no especificados en el método de análisis o facultativos, así como las condiciones susceptibles de haber influido en los resultados obtenidos.

El informe analítico dará todas las informaciones necesarias para la identificación completa de la muestra.

Referencias

Primera Directiva de la Comisión de 13 de noviembre de 1979. 79/1066/CEE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L, de 24 de diciembre de 1979.

1. *Cafeína*

1.1 Principio.-La cafeína se extrae de la muestra en medio amoniacal. A continuación se purifica con éter dietílico sobre dos columnas cromatográficas, la primera en medio alcalino y la segunda en medio ácido. La cafeína es eluida de la columna mediante cloroformo y medida espectrofotométricamente.

Se considera como contenido en cafeína el determinado por el presente método.

Este método es aplicable a los extractos de café descafeinado, a los extractos de café soluble descafeinado, a los cafés solubles descafeinados y a los cafés instantáneos descafeinados.

1.2 Material y aparatos:

1.2.1 Columnas para cromatografía (ver figura 1), de longitud aproximada 250 milímetros, de diámetro interior 21 milímetros (columna I) y 17 milímetros (columna II), provistas de llaves.

1.2.2 Espectrofotómetro de absorción en el ultravioleta. El espectrofotómetro debe tener una precisión de 0,004 en unidades de absorbancia en la gama utilizada.

1.2.3 Cubetas de cuarzo de 10 milímetros de camino óptico.

1.2.4 Baño de agua hirviendo.

1.2.5 Matraces aforados de 50, 100 y 1.000 mililitros, conforme a la norma ISO 1042.

1.2.6 Pipetas aforadas de 2 y 5 mililitros, conforme a la norma ISO 648.

1.2.7 Balanza analítica.

1.3 Reactivos:

1.3.1 Acido sulfúrico 2M.

1.3.2 Hidróxido de sodio 2M.

1.3.3 Celite 545 o equivalente.

1.3.4 Solución de amoniaco, aproximadamente 4M (preparar añadiendo un volumen de amoniaco concentrado $P_{20} = 0,9$ g/ml, a dos volúmenes de agua).

1.3.5 Eterdietílico puro o purificado por cromatografía en columna de óxido de aluminio básico de grado de actividad 1 (ver 1.4.5).

Hacer pasar 800 mililitros de éter dietílico por una columna conteniendo 100 gramos de óxido de aluminio. El éter dietílico así purificado debe ser conservado en frascos de vidrio topacio hasta su utilización (se puede utilizar también éter dietílico destilado y libre de peróxidos).

Saturar el éter dietílico con agua.

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

1.3.7 Cloroformo puro o repurificado con cromatografía según el método especificado en el punto 1.3.5 y saturado de agua (ver 1.4.5).

1.4 Procedimiento:

1.4.1 Preparación de la toma de ensayo:

Pesar con precisión de 0,1 miligramos, alrededor de 0,5 gramos de muestra de extracto sólido, entre 0,5 y 0,7 gramos de muestra de extracto de café en pasta y entre 0,8 y 3,2 gramos de extracto de café líquido.

Las dos últimas pesadas deben ser elegidas de forma que la toma de ensayo contenga aproximadamente 0,5 gramos de extracto de café sólido.

Trasvasar la muestra a un vaso de 100 mililitros con 5 mililitros de solución de amoniaco (1.3.4) y calentar durante dos minutos sobre el baño de agua hirviendo. Añadir 6 gramos de celite (1.3.3) y mezclar cuidadosamente.

1.4.2 Preparación de las columnas:

1.4.2.1 Columna I (columna alcalina):

Fase A: Mezclar íntimamente con la ayuda de una espátula flexible, 3 gramos de celite (1.3.3) y 2 mililitros de solución de hidróxido de sodio (1.3.2) hasta homogeneización. Se obtiene un polvo ligeramente húmedo. Trasvasar este polvo por pequeñas fracciones (de aproximadamente 2 gramos) a una columna cromatográfica (1.2.1) cuya parte inferior está provista de un pequeño tapón de algodón o de lana de vidrio. Después de cada adición comprimir la mezcla, sin exageración, con una varilla de vidrio, una de cuyas extremidades es plana y del diámetro de la columna, hasta la obtención de una fase perfectamente homogénea y compacta.

Se puede colocar sobre la fase A un pequeño tapón de algodón o de lana de vidrio (el producto de llenado de la columna puede ser preparado de antemano en cantidad importante y conservado en recipientes cerrados).

Fase B: Trasvasar la mezcla celite-muestra a la columna por encima de la fase A. Secar dos veces el vaso de precipitados con cantidades de alrededor de 1 gramo de celite y transvasarlo a continuación a la columna. Comprimir para obtener una fase homogénea y colocar un tapón de algodón o de lana o de vidrio por encima de la fase B.

1.4.2.2 Columna II (columna ácida):

Colocar en una segunda columna cuya parte inferior está provista de un tapón de algodón o de lana de vidrio, 3 gramos de celite (1.3.3) y 3

mililitros de solución de ácido sulfúrico (1.3.1) íntimamente mezclados en las mismas condiciones que para la fase A (1.4.2.1) (el producto de llenado de la columna puede ser preparado de antemano en cantidad importante y conservado en recipientes cerrados).

Colocar un tapón de algodón o de lana de vidrio sobre la capa para evitar cualquier erosión.

1.4.3 Cromatografía:

Montar las columnas, la una sobre la otra, de forma que el eluyente de la columna I pueda caer gota a gota, directamente sobre la columna II. Hacer pesar 150 mililitros de éter dietílico (1.3.5) a través de las dos columnas, manteniendo la llave de la columna I abierta. Regular la llave de la columna II de forma que cierta cantidad de líquido sobrenade por encima de la fase. Retirar la columna I. Hacer pasar 50 mililitros de éter dietílico (1.3.5) a través de la columna II utilizando la porción inicial para lavar la extremidad de la columna I, y hacer pasar igualmente esta porción a través de la columna II. Rechazar los eluyentes que provienen de la columna II [el éter dietílico utilizado puede ser repurificado por agitación con sulfato de hierro (II)].

Hacer pasar una corriente de aire a través de la columna II manteniendo la llave abierta (por ejemplo, utilizando un globo de goma inflado) hasta que no quede nada de éter dietílico y que el aire que sale por la llave no presente más que débil olor a éter (el analista debe trabajar sobre una mesa convenientemente ventilada para evitar la respiración de vapores de disolventes y el riesgo de explosión).

Eluir la columna II con 45-50 mililitros de cloroformo (1.3.7). Recoger el eluato en un matraz aforado de 50 mililitros (1.2.5). Completar a volumen con cloroformo (1.3.7) y mezclar íntimamente. El flujo de éter dietílico y de cloroformo en las condiciones normales de elución debe ser de 1,5 a 3 mililitros/minuto. Si fuera más rápido se puede suponer que hay fisuras.

1.4.4 Medida espectrofotométrica (ver figura 2):

1.4.4.1 Medida de la solución de ensayo:

Evitando los errores debidos a la evaporación del cloroformo, medir la densidad óptica de la solución clorofórmica de cafeína (procedente del punto 1.4.3) en cubeta de cuarzo (1.2.3), con relación al cloroformo (1.2.7) a 276 nanómetros (absorción máxima). Medir también la densidad óptica a 246 nanómetros (absorción mínima) y a 306 nanómetros para verificar la pureza de la cafeína obtenida.

Si la densidad óptica a 276 nanómetros sobrepasa el 1,3, hacer de nuevo la lectura sobre una dilución de la solución de ensayo. En este caso tener en cuenta el factor de dilución; los factores que intervienen en la fórmula del punto 1.5.1 deben ser modificados en consecuencia.

Si la densidad óptica medida a 276 nanómetros es inferior a 0,2 volver a empezar la determinación utilizando una toma de ensayo mayor.

1.4.4.2 Preparación y medida de la solución de referencia. Preparar una solución de referencia de cafeína de la forma siguiente:

Pesar con precisión de 0,1 miligramos, 100 ± 20 miligramos de cafeína pura anhidra (1.3.6). Colocarla en un matraz aforado de 1.000 mililitros (1.2.5), disolver en cloroformo y completar a volumen. Tomar, mediante pipeta (1.2.6) 5 mililitros de esta solución y completar a 50 mililitros con cloroformo.

Medir la densidad óptica de esta solución como se indica en el punto 1.4.4.1. La absorbancia corregida debe ser del orden de 0,4.

1.4.5 Ensayo en blanco: Efectuar un ensayo en blanco sobre los reactivos siguiendo el procedimiento ya descrito sin la toma de ensayo. Antes de utilizar los reactivos purificados (1.3.5 y 1.3.7) hacer un ensayo en blanco para verificar su pureza.

1.5 Cálculo:

1.5.1 Fórmula y cálculos: El contenido de la cafeína, expresado en porcentaje en masa de materia seca de la muestra, es igual a:

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

donde:

C = Concentración en cafeína de la solución de referencia en gramos/mililitro.

A_1 = Densidad óptica corregida del extracto purificado, es decir:

A_2 = Densidad óptica corregida de la solución de referencia de cafeína (1.4.4.2), es decir:

Densidad óptica a 276 − 0,5 × (densidad óptica a 246 + densidad óptica a 306 nanómetros).

m = Masa en gramos de la toma de ensayo.

p = Contenido en materia seca expresado en porcentaje en masa de la muestra, determinado según los métodos 2 ó 3.

Tomar como resultado la media aritmética de los resultados de dos determinaciones asegurándose de que la repetibilidad es satisfactoria.

1.5.2 Repetibilidad: La diferencia entre los resultados independientes de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o inmediatamente la una después de la otra, sobre la misma muestra, por el mismo analista y en las mismas condiciones, no debe pasar de 0,01 gramos de cafeína por 100 gramos de muestra.

1.6 Referencias.-Primera Directiva de la Comisión de 13 de noviembre de 1979 79/1066/CEE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 327, de 24 de diciembre de 1979.

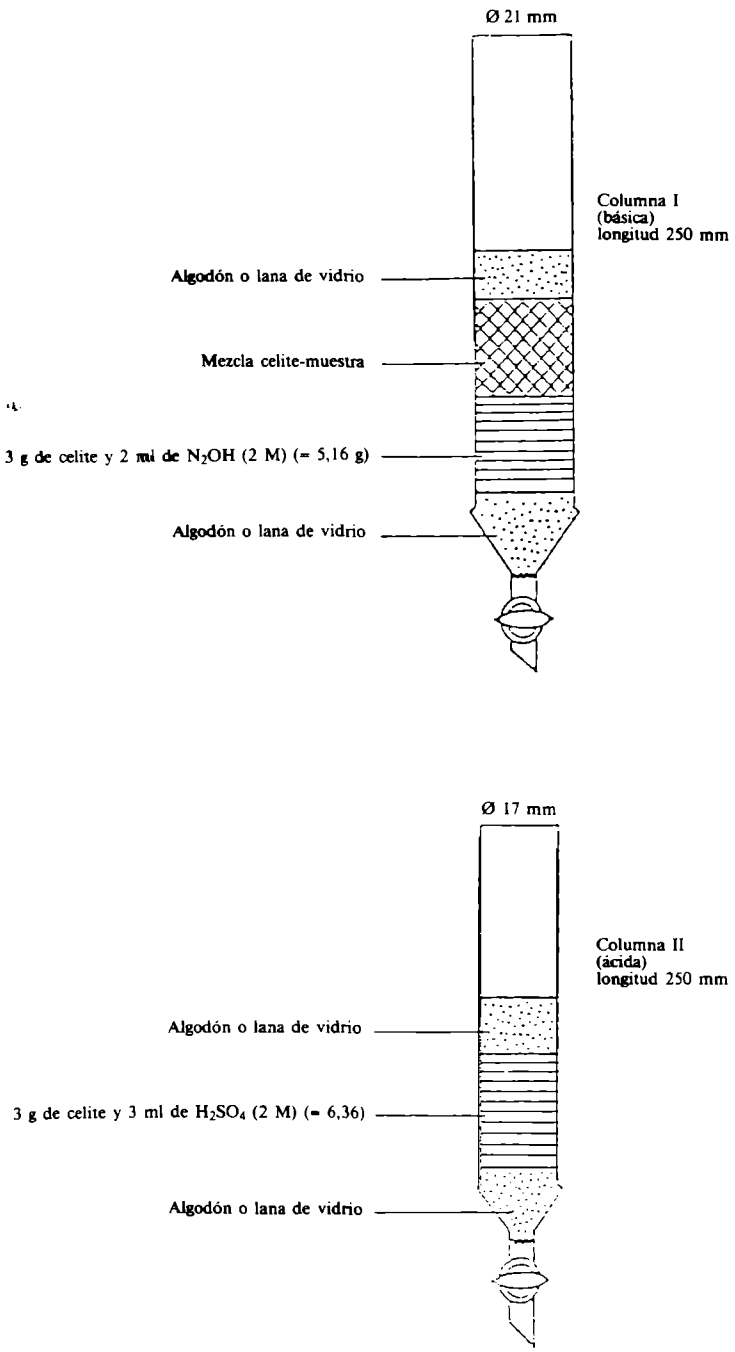

Figura 1

Columnas cromatográficas

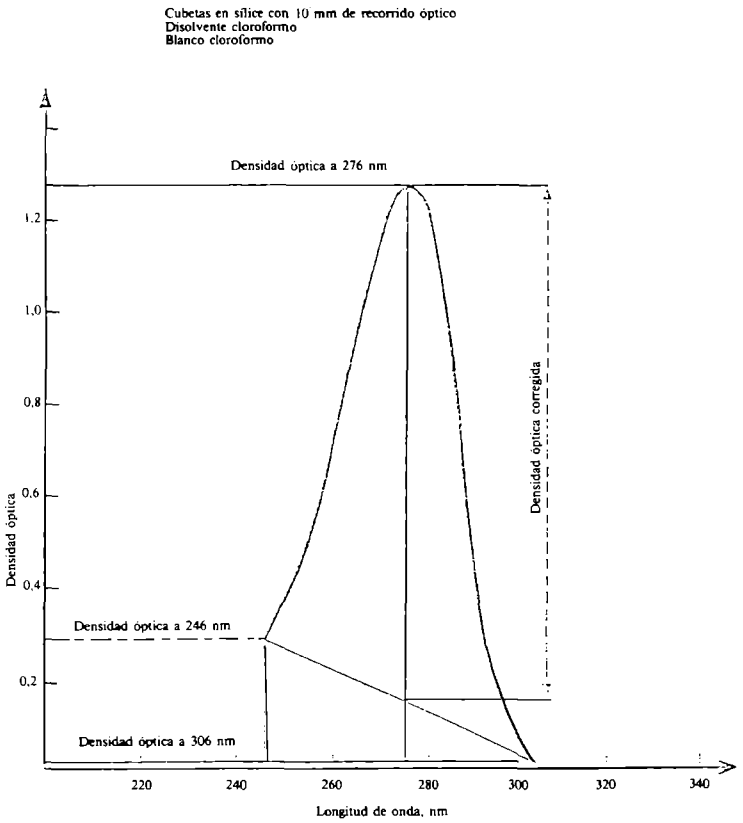

Figura 2
Medidas espectrofotométricas

2. *Materia seca*

2.1 Principio.–La masa residual de la toma de ensayo se determina después de secarla durante dieciséis horas en una estufa de vacío, a una temperatura de 70 °C y una presión de 5,0 kPa y se calcula en porcentaje de la masa de la muestra.

Se entiende por materia seca el contenido determinado por el presente método.

Este método es aplicable a los extractos de café y de achicoria, a los extractos de café y de achicoria solubles y a los extractos de café y de achicoria instantáneos.

2.2 Material y aparatos:

2.2.1 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 milímetros de diámetro y 30 milímetros de alto y provistas de una tapas herméticas. Son convenientes cápsulas en aluminio y acero inoxidable.

2.2.2 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 bandeja 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 bandejas deberán construirse y montarse de forma que aseguren una buena transmisión del calor a las cápsulas (2.2.1).

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

2.2.4 Bomba de vacío que permita obtener en la estufa de vacío (2.2.2) una presión de 5,0 kPa.

2.2.5 Sistema de secado constituido por dos frascos lavadores de vidrio 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 (2.2.2) y las columnas de secado entre la estufa y el sistema de borboteo.

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

2.2.7 Balanza analítica.

2.3 Procedimiento:

2.3.1 Preparación de las cápsulas: Colocar las cápsulas y sus tapas, limpias, secas y vacías (2.2.1) en una estufa (2.2.3), 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.

2.3.2 Toma de ensayo: Levantar la tapa de la cápsula preparada (2.3.1). Introducir lo más rápidamente posible unos 3 gramos de muestra en la cápsula y repartirla uniformemente en el fondo. Cerrar la tapa y pesar el conjunto con una aproximación de 0,1 miligramos (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.

2.3.3 Poner la cápsula y su tapa en la estufa de vacío por separado (2.2.2).

2.3.4 Cerrar la estufa y reducir lentamente la presión (al menos de dos a dos minutos y medio) hasta 5,0 ± 0,1 kPa.

2.3.5 Dejar que penetre el aire seco lentamente en la estufa a través del sistema de columnas y de borboteo (2.2.5) a un ritmo de alrededor de una burbuja por segundo como se observa en el líquido del sistema de borboteo.

2.3.6 Secar en la estufa de vacío a 70 ± 1 °C durante dieciséis ± media horas manteniendo la corriente de aire.

2.3.7 Al terminar el secado, dejar entrar lentamente el aire en la estufa (dos a tres 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 (2.2.6) y dejar enfriar hasta la temperatura ambiente.

2.3.8 Pesar con una aproximación de 0,1 miligramos la cápsula con su tapa y su contenido (M_1).

2.4 Expresión de los resultados:

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

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

siendo:

M_0 = Masa de la cápsula provista de su tapa seca.

M_1 = Masa de la cápsula provista de su tapa y de la toma de ensayo después del secado.

M_2 = Masa de la cápsula provista de su tapa y de la toma de ensayo antes del secado.

Tomar como resultado la media aritmética de los resultados de dos determinaciones, asegurándose de que la repetibilidad (2.4.2) es satisfactoria.

2.4.2 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 gramos de materia seca por 100 gramos de muestra.

2.5 Referencias.–Directiva de la Comisión 79/1066/CEE, de 13 de noviembre de 1979. Número L 327/17, de 24 de diciembre de 1979.

2(a). *Materia seca*

2(a).1 Principio.–La toma de ensayo se mezcla con arena de mar, luego se seca durante dieciséis 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.

Se entiende por materia seca la determinada por este método.

Este método es aplicable a extracto de café líquido, extracto de achicoria líquida, extracto de café en pasta y extracto de achicoria en pasta.

2(a).2 Material y aparatos:

2(a).2.1 Cápsulas para pesar, de fondo plano, que resistan al ataque de la muestra y a las condiciones de la prueba, que tengan unos 80 milímetros de diámetro y provistas de unas tapas herméticas.

2(a).2.2 Varillas de vidrio de una longitud tal que puedan reposar a lo largo en las cápsulas [2(a).2.1], por ejemplo de 50 a 75 milímetros de largo.

2(a).2.3 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 bandeja 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 bandejas deberán construirse y montarse de forma que aseguren una buena transmisión de calor a las cápsulas [2(a).2.1].

2(a).2.4 Bomba de vacío que permita obtener en la estufa de vacío [2(a).2.2] una presión de como máximo 5,0 kPa.

2(a).2.5 Sistema de secado constituido por dos frascos lavadores de vidrio 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 [2(a).2.2] y las columnas de secado entre la estufa y el sistema de borboteo.

2(a).2.6 Desecador, provisto de gel de sílice recién activado (o de un desecante equivalente) y con un indicador de humedad.

2(a).2.7 Balanza analítica.

2(a).2.8 Baño de agua hirviendo.

2(a).3 Reactivos.–Arena de mar, lavada en ácido, luego en agua hasta eliminar el ácido y después calcinada.

2(a).4 Procedimiento:

2(a).4.1 Preparación de la cápsula para pesar:

Poner de 25 a 35 gramos de arena de mar [2(a).3] en una cápsula para pesar [2(a).2.1] con una varilla de vidrio [2(a).2.2] y pesar. Introducir la cápsula con la arena de mar, su tapa y la varilla en la estufa de vacío [2(a).2.3].

La tapa deberá estar colocada al lado de la cápsula para que 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 [2(a).2.6].

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

Repetir hasta obtener un peso constante (M_0).

2(a).4.2 Toma de ensayo: Levantar la tapa de la cápsula preparada [2(a).3.1]. Introducir (lo más rápidamente posible) una porción de muestra que contenga materia seca entre 0,1 y 1 gramo. Pesar con una aproximación de 0,1 miligramos la cápsula, su contenido y la muestra de ensayo, y su tapa (M_2).

2(a).4.3 Mezclar cuidadosamente la arena de mar y la muestra con la varilla de vidrio [2(a).2.2]. Si la mezcla no se efectúa bien, añadir un poco de agua para facilitar la operación.

Calentar en el baño de agua [2(a).2.8] 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.

2(a).4.4 Introducir la cápsula provista de su tapa en la estufa de vacío por separado [2(a).2.3].

2(a).4.5 Cerrar la estufa y reducir lentamente la presión (por lo menos de dos a dos minutos y medio) hasta 5,0 ± 0,1 kPa.

2(a).4.6 Dejar que penetre el aire seco en la estufa a través del sistema de columnas y de borboteo [2(a).2.5] a un ritmo de alrededor de una burbuja por segundo como se observa en el líquido del sistema de borboteo.

2(a).4.7 Secar en la estufa de vacío a 70 ± 1 °C durante dieciséis ± media horas manteniendo la corriente de aire.

2(a).4.8 Al terminar el secado, dejar entrar lentamente el aire en la estufa (dos a tres 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 (2.2.6) y dejar enfriar hasta la temperatura ambiente.

2(a).4.9 Pesar con una aproximación de 0,1 miligramos la cápsula con su tapa y su contenido (M_1).

2(a).5 Expresión de los resultados:

2(a).5.1 Fórmula y cálculos: El contenido en materia seca calculados en porcentaje de la masa de la muestra preparada viene dado por:

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

siendo:

M_0 = Masa de la cápsula provista de su tapa seca.

M_1 = Masa de la cápsula provista de su tapa y de la toma de ensayo después del secado.

M_2 = Masa de la cápsula provista de su tapa y de la toma de ensayo antes del secado.

Tomar como resultado la medida aritmética de los resultados de dos determinaciones, asegurándose de que la repetibilidad [2(a).5.2] es satisfactoria.

2(a).5.2 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 gramos de materia seca por 100 gramos de muestra.

2(a).6 Referencias.–Directiva de la Comisión 79/1066/CEE, de 13 de noviembre de 1979. Número L 327/17, de 24 de diciembre de 1979.

3418 *ORDEN de 31 de enero de 1989 por la que se aprueban los métodos oficiales de análisis de cloruro de vinilo.*

La situación motivada por nuestra entrada en la Comunidad Económica Europea hace necesario armonizar nuestra legislación con la correspondiente comunitaria, especialmente con lo dispuesto en las Directivas de la Comisión 80/766/CEE, de 8 de julio («Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 213, de 16 de agosto) y 81/432/CEE, de 29 de abril («Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 167, de 24 de junio), sobre control oficial del cloruro de vinilo. Esta uniformidad de criterios bastaría por sí sola para conferir el carácter de básica a la presente norma.

Al mismo tiempo, sin embargo, 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 otorgándole 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 más aún 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, previo informe preceptivo de la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria y oídos los representantes de las organizaciones afectadas,

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 oficial del contenido de cloruro de vinilo monómero en los materiales y objetos destinados a entrar en contacto con productos alimenticios y del cloruro de vinilo cedido por los materiales y objetos a los productos alimenticios, contenidos en los anexos I y II a la presente Orden.

Art. 2.° Cuando no existan métodos oficiales para determinados análisis y hasta tanto los mismos sean aprobados por el Organo 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 los Métodos Oficiales de Análisis de cloruro de vinilo, se considera norma básica en virtud de lo establecido en el artículo 149.1.1.ª y 16 de la Constitución Española.