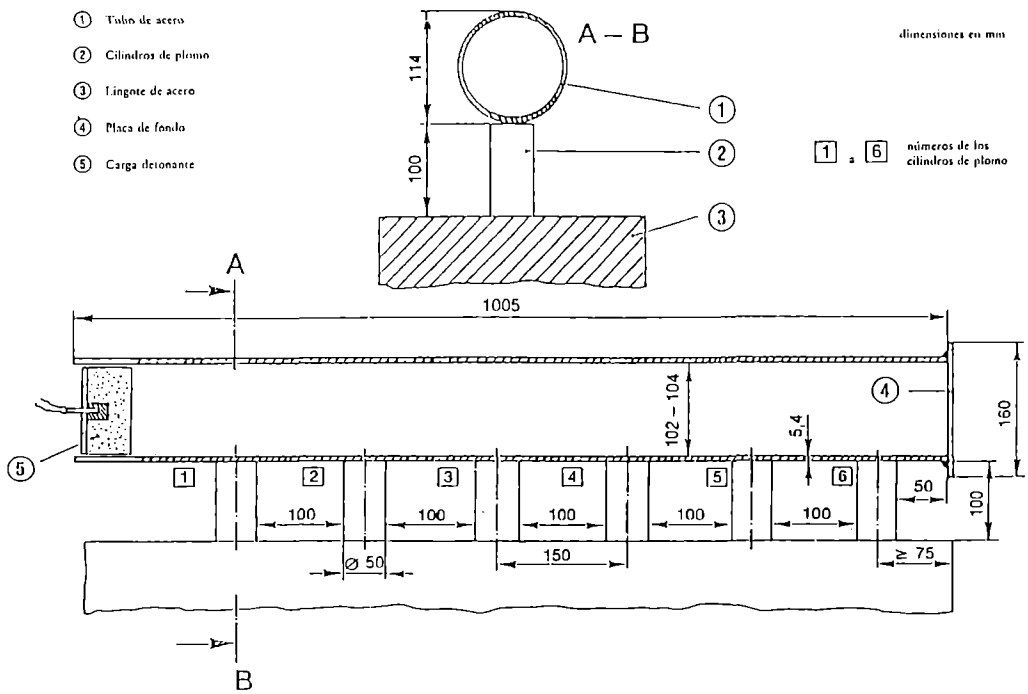
Figura 3

Colocación del tubo de acero en el lugar de la detonación



17511 *ORDEN de 18 de julio de 1989 por la que se aprueban los métodos oficiales de análisis para el control de determinados azúcares destinados al consumo humano.*

En cumplimiento de lo previsto en el artículo 5.° del Decreto 2519/1974, de 9 de agosto («Boletín Oficial del Estado» de 13 de septiembre), sobre desarrollo del Código Alimentario Español, se promulgó el Real Decreto 1261/1987, de 11 de septiembre («Boletín Oficial del Estado» de 14 de octubre), por el que se aprueba la Reglamentación Técnico-Sanitaria para la elaboración, almacenamiento, transporte y comercialización de los azúcares destinados al consumo humano.

El artículo 23 de la Reglamentación Técnico-Sanitaria, aprobada por el citado Real Decreto, referente a métodos de análisis, autoriza a los Ministros proponentes para que, a propuesta de los Organismos competentes, mediante Orden y, previo informe preceptivo de la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria, pueden dictar los métodos oficiales de análisis correspondientes.

Como,consecuencia de nuestra entrada en la Comunidad Económica Europea es necesario armonizar nuestra legislación con la correspondiente comunitaria, teniendo en cuenta lo dispuesto en la Directiva del Consejo 73/437/CEE, de 11 de diciembre de 1973 («Diario Oficial de las Comunidades Europeas» del 27), y en la Directiva de la Comisión 79/796/CEE, de 26 de julio de 1979 («Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 239, de 22 de septiembre).

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, en relación con la disposición adicional segunda de la Ley 14/1986, de 25 de abril, General de Sanidad («Boletín Oficial del Estado» del 29), y artículo 149.1.1 y 16 de la Constitución Española.

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 los sectores afectados,

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

Primero.–Se aprueban los métodos oficiales de análisis para el control de determinados azúcares destinados al consumo humano que figuran en el anejo de la presente Orden.

Segundo.–Cuando no existan métodos oficiales para determinados análisis podrán ser utilizados los aprobados por los Organismos nacionales o internacionales de reconocida solvencia.

DISPOSICION ADICIONAL

Lo dispuesto en la presente Orden y en los métodos de análisis para determinados azúcares destinados al consumo humano que se aprueban, se dicta en virtud de lo establecido en el artículo 149.1.1 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, 18 de julio de 1989.

ZAPATERO GOMEZ

Excmos. Sres. Ministros de Economía y Hacienda, de Industria y Energía, de Agricultura, Pesca y Alimentación y de Sanidad y Consumo.

A N E J O

METODOS OFICIALES DE ANALISIS PARA EL CONTROL DE DETERMINADOS AZUCARES DESTINADOS AL CONSUMO HUMANO

I N D I C E

. INTRODUCCION.

1(a). CENIZAS CONDUCTIVIDAD CONDUCTIMETRICAS (Método por atribución de puntos).

1(b). CENIZAS DE CONDUCTIVIDAD O CONDUCTIMETRICAS.

2. COLORACION EN SOLUCION.

3(a). DIOXIDO AZUFRE (Método colorimétrico de Carruthers, y Oldfield).

3(b). DIOXIDO DE AZUFRE (Método volumétrico de Monier-Williams).

PERDIDA DE MASA POR DESECACION.

MATERIA SECA TOTAL (Por refractometría).

EQUIVALENTE EN DEXTROSA (Método de valoración constante Lane-Eynon).

MATERIA SECA (Por desecación en vacío).

CENIZAS SULFATADAS O SULFURICAS.

PODER ROTATORIO (Polarización).

10. TIPO DE COLOR (Método del Instituto de Brunswick).

11. AZUCARES REDUCTORES, EXPRESADOS EN AZUCARES INVERTIDOS (Método del Instituto de Berlín).

12. AZUCARES REDUCTORES, EXPRESADOS AZUCARES INVERTIDOS (Método de Knight Allen).

13. AZUCARES REDUCTORES, EXPRESADOS AZUCARES INVERTIDOS O EN D-GLUCOSA (Método Luff-Schoorl).

INTRODUCCION

1. PREPARACION.- Preparación de la muestra para el análisis

Mézclese perfectamente la muestra recibida en el laboratorio. Extraígase una porción de 200 g como mínimo e introdúzcase inmediatamente en un recipiente seco provisto de cierre hermético.

2. REACTIVOS Y EQUIPO.-

En la descripción del equipo solo se indican los instrumentos y aparatos especiales o que requieren normas particulares.

Por otra parte, cuando se menciona el agua, se trata siempre de agua destilada o de agua desmineralizada de pureza al menos equivalente.

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica, salvo especificación en contrario.

Siempre que se mencione una solución de un reactivo sin ninguna indicación, se trata de una solución acuosa.

3. EXPRESION DE LOS RESULTADOS.-

El resultado que se indique en el boletín de análisis, será el valor medio obtenido a partir de un mínimo de dos determinaciones cuya repetibilidad sea satisfactoria.

Salvo disposiciones particulares, los resultados se expresarán en porcentaje (m/m) de la muestra en el estado en que llegó al laboratorio.

El resultado no debe llevar más cifras significativas que las que permita la precisión del método.

1(a). CENIZAS DE CONDUCTIVIDAD O CONDUCTIMETRICAS METODO POR ATRIBUCION DE PUNTOS

1(a).1. PRINCIPIO.-

Se entiende por cenizas de conductividad o conductimétricas a la concentración de sales ionizadas solubles presentes en la muestra y determinadas por el método de atribución de puntos.

Este método es aplicable a azúcar terciado, azúcar moreno de caña, azúcar semiblanco, azúcar blanco o blanquilla y azúcar refinado, en cualquiera de sus formas de presentación (en polvo o glacé, candí o cande, pilé en forma de panes, granulado, cuadradillo y de fantasía).

1(a).2. MATERIAL Y APARATOS.-

1(a).2.1. Instrumento para medir la conductividad que permita medidas de hasta 0,5 $\mu S.cm^{-1}$ con una precisión de $\pm$ 2%. Se aconseja utilizar cubetas de medida que puedan mantener la temperatura a 20 $\pm$ 2 °C por medio de un termostato (1(a).6.1.).

1(a).2.2. Matraces aforados de 100 $\pm$ 0,05 ml, 500 $\pm$ 0,25 ml y 1000 $\pm$ 0,40 ml (1(a).6.2.).

1(a).2.3. Pipetas aforadas de 10 $\pm$ 0,2 ml.

1(a).3. REACTIVOS.-

1(a).3.1. Agua bidestilada o desionizada, de conductividad específica inferior a 2 $\mu S.cm^{-1}$.

1(a).3.2. Solución de cloruro de potasio N/50C0.

En un matraz de 1000 ml, disolver en agua (1(a).3.1.), 745,5 mg de cloruro de potasio para análisis, previamente calentado a 500 °C (para deshidratarlo) y completar con ésta hasta el aforo. Trasferir 10 ml de esta solución a un matraz de 500 ml y completar con agua (1(a).3.1.).

Esta solución tendrá un conductividad específica a 20 °C de 26 $\pm$ 0,3 $\mu S.cm^{-1}$ una vez deducida la conductividad específica del agua utilizada.

Las soluciones de cloruro de potasio deberán estar recientemente preparadas antes de cada calibrado.

1(a).4. PROCEDIMIENTO.-

1(a).4.1. Calibrado

El calibrado de los instrumentos de medida de conductividad se efectuará mediante la solución de cloruro de potasio (1(a).3.2.).

1(a).4.2. Preparación de la muestra

Se prepara una solución de azúcar al 28% (m/m) en agua (1(a).3.1.), disolviendo a 20 $\pm$ 0,2 °C, 31,3 $\pm$ 0,1 g de azúcar en un matraz de 100 ml o disolviendo 28 g de azúcar en agua (1(a).3.1.), y llevándolo a 100 g.

1(a).4.3. Determinación de la conductividad específica del agua utilizada

La misma cantidad de agua que la utilizada en la preparación de la muestra (1(a).4.2.) se agita en un matraz aforado de 100 ml (1(a).2.2.), completar y medir la conductividad específica a unos 20 °C (1(a).6.3.).

1(a).4.4. Determinación de la conductividad específica de la solución de azúcar

Agitar la solución de azúcar (1(a).4.2.) e introducirla en la célula de medida. Efectuar la medida cuando la temperatura de la solución sea exactamente de 20 $\pm$ 0,2 °C.

1(a).5. CALCULOS.-

La conductividad específica se obtendrá según la siguiente fórmula:

$$C_{28} = C_{leída} - 0,5\ C_{agua}$$

Siendo:

C_{28} = Conductividad específica, en microsiemens por centímetro ($\mu S.cm^{-1}$) de la solución de azúcar al 28%.

$C_{leída}$ = Conductividad específica, en microsiemens por centímetro, medida en (1(a).4.4.).

C_{agua} = Conductividad específica del agua, en microsiemens por centímetro, medida en (1(a).4.3.).

El resultado se expresa en porcentaje de cenizas de conductividad y se obtendrá por la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Cenizas} = 0,320 \times 18 \times 10^{-4} \times C_{28} = 5,76 \times 10^{-4} \times C_{28}$$

$$\text{Nº de puntos} = 0,320 \times C_{28}$$

Es decir, que: 3,13 $\mu S.cm^{-1}$ valen 1 punto o que 1 punto = 0,0018% de cenizas.

1(a).6. OBSERVACIONES.-

1(a).6.1. Según el funcionamiento del instrumento de medida de conductividad utilizado, éste se regulará de tal manera que indique el valor de la conductividad específica de la solución de cloruro potásico N/5000 (1(a).3.2.) incrementado con el de la conductividad específica del agua utilizada, o bien éste último valor ya aumentado se empleará para el cálculo de la constante de la cubeta.

1(a).6.2. Todos los recipientes y pipetas utilizadas deben lavarse cuidadosamente antes de su empleo con agua bidestilada (1(a).3.1.).

1(a).6.3. Después de esta medida, no es necesario ajustar el termostato con precisión, dado que las eventuales correcciones de temperatura son netamente inferiores a los límites de error.

1(a).7. REFERENCIAS.-

- ICUMSA: Cenizas conductimétricas (fuente: proc 14ª Ses. Icumsa 1966, pág. 88).

1(b). CENIZAS DE CONDUCTIVIDAD O CONDUCTIMETRICAS

1(b).1. PRINCIPIO.-

Se entiende por cenizas de conductividad a la concentración de sales ionizadas solubles presentes en la muestra y determinadas por el método descrito a continuación.

La conductividad específica indica la concentración de sales ionizadas solubles presentes. Las cenizas de conductividad se obtienen multiplicando el resultado conductimétrico por un factor de proporcionalidad adecuado. La ceniza gravimétrica representa la suma de las cenizas solubles e insolubles en agua.

Este método tiene el mismo campo de aplicación que el método 1(a), ampliado a azúcar líquido, azúcar líquido invertido y jarabe de azúcar invertido.

1(b).2. MATERIAL Y APARATOS.-

1(b).2.1. Cubeta de conductivad de vidrio con electrodos de platino platinado firmemente fijados y convenientemente protegidos contra desplazamientos. Estos electrodos pueden estar sellados dentro de la vasija en la que puede ponerse la solución que se examina y retirarse posteriormente (tipo Zerban) o estar unidos al soporte de modo que puedan bajarse hasta una probeta (o vaso de precipitado de 100 ml) que contenga la solución (tipo inmersión). La cubeta estará provista de un termómetro graduado en décimas de grado y que abarque 15 - 25 °C estando colocado el bulbo junto a los electrodos. La constante de la cubeta debe ser aproximadamente 0,15.

1(b).2.2. Galvanómetro o zumbador de micrófono o carrete de inducción y un receptor sensible de teléfono.

1(b).2.3. Fuente adecuada de corriente. Pilas de acumuladores o secas si se usa carrete de inducción o zumbador.

1(b).2.4. Resistencia de 10 y 100 ohmios. Deben ser fijas y exactas.

1(b).2.5. Resistencia a cursor o puente de Wheatstone. En lugar de lo anterior, conviene emplear un aparato moderno de puente de conductividad alimentado con red.

1(b).2.6. Dispositivo para control de la temperatura de la cubeta, con sensibilidad de ± 0,1 °C.

1(b).3. REACTIVOS.-

1(b).3.1. Solución patrón de cloruro de potasio 0,01 M.

Disolver 0,3728 g de cloruro de potasio deshidratado, en agua destilada hasta 500 ml a 20 °C.

1(b).3.2. Solución patrón de cloruro de potasio 0,02 M.

Disolver 0,7456 g de cloruro de potasio deshidratado en agua destilada hasta 500 ml a 20 °C.

1(b).4. PROCEDIMIENTO.-

1(b).4.1. Determinación de la constante de la cubeta

Llenar la cubeta con la solución de cloruro de potasio 0,01 M, ajustar a 20 ± 0,1 °C, medir la resistencia y multiplicar el número de ohmios por 141,2 (conductividad específica de KCl 0,01 M). Enjuagar con la solución de cloruro de potasio 0,02 M, llenar la cubeta con esta solución, medir la resistencia a 20 ± 0,1 °C y multiplicar por 276,1 (conductividad específica de KCl 0,02 M). Hallar el promedio de los dos resultados. La constante de la cubeta debe ser aproximadamente 0,15.

1(b).4.2. Determinación de cenizas de conductividad

Disolver 10 g de muestra, si la cifra de cenizas es menor de 1% (ó 10 g de mezcla de muestra y sacarosa pura para que resulte aproximadamente 0,5% de cenizas, si la muestra tiene más de 1% de cenizas) y completar a volumen a 200 ml a 20 °C. Medir la conductividad de la solución a 20 °C. A esta temperatura debe aplicarse un coeficiente de corrección del agua de K = 0,9.

1(b).5. CALCULOS.-

El porcentaje (m/m) de cenizas de conductividad se obtendrá según la siguiente fórmula:

$$\% \text{ cenizas de conductividad} = 0,9 \times 18 \times 10^{-4} \times L$$

0,9 = Coeficiente de corrección del agua a 20 °C

L = conductancia específica (microhoms)

1(b).6. OBSERVACIONES.-

1(b).6.1. La temperatura patrón oficial debe ser 20 °C. Sin embargo, hay que aplicar las correcciones siguientes cuando la temperatura es diferente a 20 °C (máximo ± 5 °C):

Temperaturas mayores de 20 °C: restar 2 por ciento por cada °C.

Temperaturas menores de 20 °C: añadir 2 por ciento por cada °C.

1(b).6.2. La conductividad específica máxima del agua utilizada deberá ser 2 microsiemens por cm^{-1}.

1(b).6.3. Igualmente puede emplearse una concentración de 28 g/100 ml; en este caso, después de aplicar la corrección para la conductividad específica del agua empleando un coeficiente de corrección de 0,5, se convierte la conductividad específica corregida de la solución en la conductividad específica calculada, a una concentración de 5 g/100 ml, multiplicando por un factor de conversión de 0,32.

$$C_{28} = C_{leída} - 0,5\ C_{agua}$$

$$C_5 = 0,32 \times C_{28}$$

Siendo:

C_{28} = Conductividad específica en $\mu S.cm^{-1}$ de la solución de azúcar al 28% (m/v).

C_5 = Conductividad específica en $\mu S.cm^{-1}$ de la solución de azúcar al 5% (m/v).

$C_{leída}$ = Conductividad específica en $\mu S.cm^{-1}$ determinada en la cubeta.

C_{agua} = Conductividad específica en $\mu S.cm^{-1}$ del agua.

Para calcular el porcentaje de cenizas de conductividad:

$$\% \text{ cenizas} = 0,32 \times C_{28} \times 18 \times 10^{-4}$$

Siendo:

18×10^{-4} = factor de proporcionalidad.

1(b).7. REFERENCIAS.-

- ICUMSA. Methods of Sugar Analysis, 1964, p. 38-40
- Report of the Proceedings of the 12th Session of ICUMSA, 1958, p. 6-10
- Report of the Proceedings of the 13th Session of ICUMSA, 1962, p. 8-12
- Report of the Proceedings of the 14th Session of ICUMSA, 1966, p. 88-89

2. COLORACION EN SOLUCION

2.1. PRINCIPIO.-

Medida del color en solución de los azúcares.

Este método es aplicable a: azúcar terciado, azúcar moreno de caña, azúcar semiblanco, azúcar blanco o blanquilla, azúcar refinado o blanco refinado (en cualquiera de sus formas de presentación, polvo o glasé, candí o candi, en forma de panes, pilé, granulado y cuadradillo), azúcar líquido, azúcar líquido invertido, jarabe de azúcar invertido.

2.2. MATERIAL Y APARATOS.-

2.2.1. Espectrofotómetro o equivalente, con una cubeta de absorción de 10 cm (la longitud de cubeta se elige de modo que la lectura del instrumento esté entre 10 y 90% de transmitancia).

2.2.2. Filtro de membrana, de tamaño de poro 0,45 μ de acuerdo con el método de extrusión de mercurio, 0,6 μ según el método Hagen-Poiseuille.

2.3. REACTIVOS.-

2.3.1. Agua destilada.

2.3.2. Acido clorhídrico diluido.

2.3.3. Hidróxido de sodio diluido.

2.3.4. Tierra de diatomeas de calidad analítica (1% sobre sólidos).

2.4. PROCEDIMIENTO.-

Preparar, con agua destilada, una solución del azúcar que se quiere analizar a las concentraciones siguientes:

- azúcar blanco: 50% (m/m)
- azúcar moreno: la mayor posible, compatible con velocidades de filtración y profundidades de cubeta razonables.
- azúcares líquidos y jarabes: densidad original, a menos que sea preciso diluir para conseguir velocidades de filtración y profundidades de cubeta razonables.

Filtrar la solución en vacío. Las soluciones de azúcar blanco y los jarabes ligeramente coloreados deben filtrarse a través de filtro de membrana (2.2.2.) sin adición de coadyuvantes de filtración. Las soluciones más oscuras deben filtrarse con tierra de diatomeas (2.3.4.) sobre papel de filtro. La primera porción del filtrado, si está turbia, se tira.

Ajustar el pH de las soluciones más oscuras a 7,0 ± 0,2 con ácido clorhídrico o hidróxido de sodio diluídos. No ajustar el pH de las soluciones de azúcar blanco. Eliminar el aire arrastrado en vacío.

Situar la solución en una cubeta de absorción (2.2.1.). Determinar la atenuancia (A^*_c ó $-\log T_s$) de la solución a 420 nm en un espectrofotómetro o equivalente, utilizando agua destilada como patrón de referencia de color cero.

2.5. CALCULOS.-

El índice de atenuación se obtendrá según la siguiente fórmula:

$$\text{Indice de atenuación } (A^*_c)_{420} = \frac{A^*_c}{bc} = \frac{-\log T_s}{bc}$$

Siendo:

A^*_c = Atenuancia.

T_s = Transmitancia.

b = Longitud de cubeta en centímetros.

c = Concentración de sólidos totales en gramos por mililitro.

Los resultados se expresan en unidades de color ICUMSA
Color en unidades ICUMSA = 1000 x índice de atenuación $(A^*_c)_{420}$

2.6. REFERENCIAS.-

- ICUMSA Methods of Sugar Analysis, 1964, pp. 57-80
- Report of the Proceeding of the 12th Session of ICUMSA, 1958, p. 52

3(a). DIOXIDO DE AZUFRE
(Método colorimétrico de Carruthers, Heaney y Oldfield)

3(a).1. PRINCIPIO.-

Determinación colorimétrica del dióxido de azufre, cuyo contenido no exceda de 1 mg/kg, empleando reactivos cromogénicos, rosanilina blanqueada con ácido y formaldehido.

El método es aplicable a azúcar semiblanco, azúcar blanco o blanquilla, azúcar refinado o blanco refinado, en cualquiera de sus formas de presentación (en polvo o glacé, candí o cande, pilé, en forma de panes, granulado, cuadradillo y de fantasía), azúcar líquido, azúcar líquido invertido, jarabe de azúcar invertido, glucosa líquida o jarabe de glucosa, jarabe de glucosa deshidratado o glucosa atomizada, dextrosa anhidra, dextrosa monohidratada, dextrosa en polvo, fructosa y maltosa.

3(a).2. MATERIAL Y APARATOS.-

3(a).2.1. Espectrofotómetro o absorciómetro, provisto de cubeta de 1 cm de igualación y un filtro adecuado con un máximo de transmisión entre 545 y 560 nm.

3(a).3. REACTIVOS.-

3(a).3.1. Solución acuosa saturada de hidrocloruro de rosanilina.

Suspender un exceso (aproximadamente 1 g por ml) de hidrocloruro de rosanilina en agua destilada, calentar a unos 50 °C y dejar enfriar mientras se agita, y después dejar en reposo durante 48 horas, agitando de vez en cuando y filtrar.

3(a).3.2. Solución de rosanilina blanqueada.

Sobre 4 ml de solución acuosa saturada de hidrocloruro de rosanilina, añadir 6 ml de ácido clorhídrico concentrado, mezclar y diluír hasta 100 ml. La decoloración no es instantánea y el reactivo no debe utilízarse hasta que haya pasado una hora por lo menos de su preparación.

3(a).3.3. Solución de formaldehido 0,2%.

Diluír 5 ml de formaldehido de 40% con agua hasta 1 litro.

3(a).3.4. Solución de hidróxido de sodio 0,1 N.

3(a).3.5. Solución de hidróxido de sodio 0,004 N.

3(a).3.6. Solución patrón de sulfito de sodio ($Na_2SO_3.7H_2O$).

3(a).3.7. Solución patrón de yodo.

3(a).3.8. Sacarosa, exenta de dióxido de azufre.

3(a).3.9. Agua destilada.

3(a).4. PROCEDIMIENTO.-

3(a).4.1. Disolver en agua destilada el azúcar que se analiza mezclando suavemente, y añadir hidróxido de sodio diluído para obtener una solución que contenga de 0,5 a 30 μg de dióxido de azufre por 10 ml que sea aproximadamente 0,004 N con respecto al hidróxido sódico. Para la mayoría de los azúcares, esta concentración puede alcanzarse en soluciones que contengan 4 ml de hidróxido sódico 0,1 N y 10 g ó 20 g de sacarosa por 100 ml. Si la concentración general de dióxido de azufre es menor de 2 mg/kg, puede aumentarse la concentración de sacarosa a 40 g por 100 ml. Trasladar 10 ml de la solución de azúcar a un tubo de ensayo seco y limpio (o bien pueden pesarse de 1 a 4 g de azúcar seco y disolverlos directamente en un tubo de ensayo graduado en 10 ml y completar a volumen después de añadir 0,4 ml de hidróxido de sodio 0,1 N (3(a).3.4.); añadir 2 ml de solución de rosanilina blanqueada (3(a).3.2.) seguido de 2 ml de solución de formaldehido al 0,2% (3(a).3.3.).

Mezclar y dejar en reposo a temperatura ambiente durante 30 ± 5 minutos. Medir la absorbancia de la solución en una cubeta de 1 cm a 560 nm, aproximadamente, y determinar el contenido de dióxido de azufre con referencia a una curva patrón (3(a).4.2.) obtenida en las mismas condiciones.

3(a).4.2. Curva patrón.

Se prepara empleando una solución patrón de cantidades conocidas de sulfito de sodio añadidas a sacarosa exenta de dióxido de azufre (3(a).3.8.) disuelta en hidróxido de sodio 0,004 N (3(a).3.5.). La sacarosa se agrega a todas las soluciones patrón con el objeto primordial de minimizar la oxidación del sulfito durante la preparación y la manipulación de los patrones. A condición de que las soluciones sean aproximadamente 0,004 N con respecto a hidróxido de sodio antes de añadir la solución de rosanilina blanqueada ácida (3(a).3.2.) la presencia de sacarosa exenta de dióxido de azufre en concentraciones de hasta 40 g por 100 ml no influye sensiblemente en el rendimiento de color, y es innecesario igualar la concentración de sacarosa en los patrones con la de las soluciones de ensayo.

Preparar una solución que contenga aproximadamente 0,5% de sulfito de sodio (3(a).3.6.) en sacarosa (3(a).3.8.) al 10% y determinar con exactitud la concentración de sulfito valorando frente a solución de yodo patrón.

Diluir 5 ml de la solución de sulfito hasta 100 ml con sacarosa al 10% para obtener un patrón primario cuya concentración conocida es aproximadamente 50 g de SO_2 por ml. Para preparar los patrones de calibración tomar 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 y 6,0 ml del patrón primario, añadir 4 ml de hidróxido de sodio 0,1 N (3(a).3.4.) y diluir a 100 ml con solución de sacarosa al 10%. Preparar también un patrón cero omitiendo la solución de patrón primario.

Añadir, sobre partes alícuotas de 10 ml de los patrones de calibración, la solución de rosanilina blanqueada (3(a).3.2.) y la solución de formaldehido (3(a).3.3.) y medir las absorbancias como en (3(a).4.1.).

3(a).5. EXPRESION DE LOS RESULTADOS.-

Los resultados se expresarán en miligramos de dióxido de azufre por kilogramo de muestra.

3(a).6. OBSERVACIONES.-

3(a).6.1. La solución de azúcar se trata con álcali diluído antes de añadir los reactivos cromogénicos para liberar el dióxido de azufre débilmente unido que, de otro modo, no se determinaría por este procedimiento. Así, pues, la solución se ajusta a pH 11, aproximadamente.

3(a).7. REFERENCIAS.-

- Carruthers A., Heaney R.K. and Oldfield J.F.T. (1965). International Sugar Journal, pp. 364-366; Determination of Sulphur dioxide in white sugar.

3(b). DIOXIDO DE AZUFRE
(Método volumétrico de Monier-Williams)

3(b).1. PRINCIPIO.-

Destilación de una solución ácida de la muestra en una corriente de dióxido de carbono a través de un refrigerante de reflujo, recogiendo el destilado en una solución diluída pura de peróxido de hidrógeno y posterior volumetría del ácido sulfúrico formado.

También puede determinarse el ácido sulfúrico por gravimetría cuando las cantidades de SO_2 presentes son muy pequeñas.

El método es aplicable a los mismos azúcares que el método 3(a).

El método es aplicable en presencia de otros compuestos sulfurados y ácidos orgánicos volátiles.

3(b).2. MATERIAL Y APARATOS.-

3(b).2.1. Aparato representado en la figura 3(b)I.

3(b).3. REACTIVOS.-

3(b).3.1. Acido clorhídrico concentrado, puro, exento de cloro.

3(b).3.2. Dióxido de carbono puro, exento de cloro.

Puede obtenerse de una botella de CO_2 líquido provista de una válvula de ajuste fina que permita un flujo constante de gas a cualquier velocidad que se desee, y purificarse después convenientemente (3(b).6.1.).

3(b).3.3. Peróxido de hidrógeno de diez volúmenes puro (3%) exento de ácido sulfúrico. Se prepara diluyendo 10 ml de H_2O_2 de 30% neutro, con agua destilada hasta 100 ml.

3(b).3.4. Solución de hidróxido de sodio 0,1 N.

3(b).3.5. Solución de indicador azul de bromofenol.

3(b).3.6. Cloruro de bario.

3(b).3.7. Agua destilada.

3(b).4. PROCEDIMIENTO.-

El erlenmeyer (D) y el primer tubo Peligot (E) se cargan cada uno con 10 ml de la solución de H_2O_2. El segundo tubo de Peligot (F) se carga con 5 ml de una mezcla de soluciones de H_2O_2 y cloruro de bario acidificada con unas gotas de HCl. Actúa como tubo de seguridad para controlar la absorción completa de SO_2 en los dos primeros recipientes, aunque en general no será necesario (3(b).6.2.).

Después de conectar el aparato, se introducen 500 ml de agua destilada en el matraz (A), junto con 20 ml de ácido clorhídrico y se hierve la solución, al mismo tiempo que se hace pasar una corriente de CO_2 hasta que se ha expulsado todo el aire del aparato. Luego se enfría el matraz por inmersión gradual en un baño de agua, continuándose la corriente de CO_2 durante el enfriamiento, y después se introduce rápidamente la muestra quitando momentáneamente el tapón (S).

Si la muestra es líquida, puede introducirse a través de un embudo de decantación, no representado en la figura, adaptado para que pase a través del tapón (S).

La mezcla se hierve entonces durante una hora en una corriente lenta de CO_2, y se corta el flujo de agua en el refrigerante. De este modo el refrigerante y el tubo de desprendimiento se van calentando lentamente, y todo el SO_2 retenido por la humedad condensada en el tubo es arrastrado hasta el colector (D), que puede mantenerse frío durante esta operación por medio de una pequeña vasija con agua fría. Tan pronto como el tubo de desprendimiento esté caliente en el punto (H), según se aprecia al tacto, se desconectan los colectores en (K). Se lava en sentido descendente el tubo, recogiendo los lavados en el colector (D), con una pequeña cantidad de agua destilada, y se pasa también a (D) el contenido de (E) cuantitativamente. El líquido, que juntamente con los lavados medirá unos 40-50 ml, se valora a la temperatura ambiente con NaOH 0,1 N, empleando como indicador azul de bromofenol (3(b).6.3.).

Cuando la cifra de valoración sea menor de 0,5 ml se recomienda el método gravimétrico, teniendo en cuenta que 1 ml de Na(OH) 0,1 N corresponde a 32 ppm de SO_2 sobre 100 g de muestra.

En este caso y, también cuando se necesite una gravimetría como verificación de la cifra de valoración, la precipitación y filtración del sulfato de bario formado en el destilado acidificado, al añadir cloruro bárico, deben hacerse en un vaso de precipitados en frío (3(b).6.3.).

3(b).5. CALCULOS.-

Los resultados se expresan en mg de dióxido de azufre por kg de muestra y se calculan mediante las siguientes fórmulas:

a) Por valoración

$$\text{mg de } SO_2/Kg = \frac{V \times 3.200}{M}$$

b) Por gravimetría

$$\text{mg de } SO_2/Kg = \frac{M_1 \times 274,45}{M}$$

Siendo:

V = Volumen, en ml, de hidróxido de sodio gastados en la valoración.

M = Masa, en g, de la muestra.

M_1 = Masa, en miligramos, de sulfato de bario.

3(b).6. OBSERVACIONES.-

3(b).6.1. El CO_2 puede purificarse haciéndolo pasar por un lavador que contenga una solución diluída de carbonato sódico, de calidad reactivo, para eliminar el cloro antes de atravesar el matraz de destilación.

3(b).6.2. Indicios pequeñísimos (trazas) de SO_2 que escapen bastarán para producir un enturbiamiento de sulfato bárico en el segundo tubo (F). En los experimentos de acuerdo con el método Monier-Williams no se ha observado nunca este fenómeno.

3(b).6.3. Para la valoración conviene utilizar una microbureta.

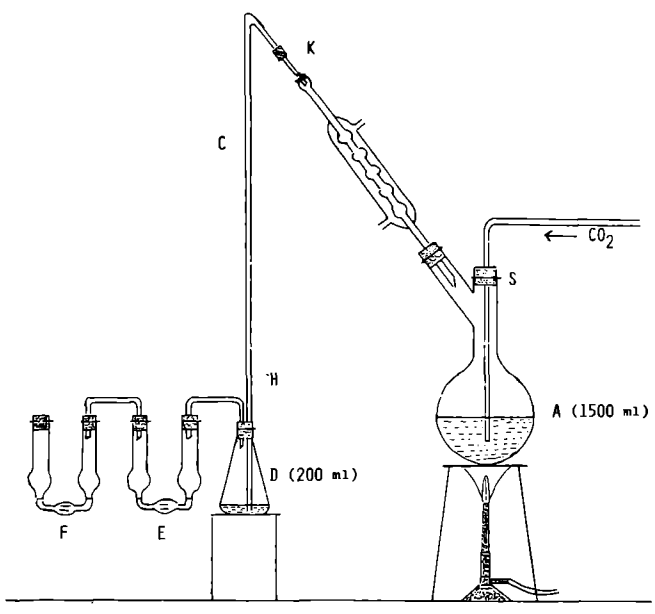
3(b).6.4. El peróxido de hidrógeno cuando está frío, no oxida cantidades apreciables de sulfato de hidrógeno ni de azufre orgánico volátil para dar ácido sulfúrico y, en la determinación de SO_2 en alimentos que contengan compuestos sulfurados volátiles, el H_2O_2 dará los resultados de máxima confianza, a condición de que la precipitación y la filtración de sulfato bárico se hagan en frío. Sin embargo, para evitar que el precipitado de sulfato bárico se impurifique con indicios de cloruro bárico, hay que dejarlo sedimentar, vertiendo el líquido que sobrenada a través de un filtro y el $BaSO_4$ que queda en el vaso de precipitados debe lavarse tres veces por decantación con agua hirviente antes de echarlo en el filtro.

3(b).7. REFERENCIAS.-

- The Analyst (1927) 52, 343 and 415

Monier-Williams, G.V., The determination of Sulphur Dioxide in foods, Report on Public Health and Medical Subjects. Nº 43,56 pages, Ministry of Public Health, 1927, H. Stationery Office, London.

FIGURA 3 (b) I.- APARATO DE DESTILACION SEGUN MONIER-WILLIAMS



C.- Tubo vertical de unos 4-4,5 mm de diametro interno

E y F.- Tubos Peligot

4. PERDIDA DE MASA POR DESECACION

4.1. PRINCIPIO.-

Se entiende por "pérdida de masa por desecación" a la pérdida de masa obtenida en estufa a la temperatura de 103 ± 2 °C durante 3 horas.

El método es aplicable a azúcar terciado, azúcar moreno de caña, azúcar semiblanco, azúcar blanco o blanquilla y azúcar refinado o blanco refinado. En cualquiera de sus formas de presentación (en polvo o glacé, candí o cande, pilé, en forma de panes, granulado, cuadradillo y de fantasía).

4.2. MATERIAL Y APARATOS.-

4.2.1. Cápsula de metal de fondo plano (inatacable por las muestras y las condiciones del análisis) de un diámetro mínimo de 100 mm y de una altura mínima de 30 mm.

4.2.2. Estufa eléctrica, regulable a 103 ± 2 °C, con corriente de aire seco.

4.2.3. Desecador provisto de gel de sílice recién activado o de un deshidratante equivalente y dotado de un indicador de humedad.

4.2.4. Balanza de precisión de 0,1 mg de sensiblidad.

4.3. PROCEDIMIENTO.-

4.3.1. Secar el recipiente (4.2.1.) en la estufa (4.2.2.) a 103 ± 2 °C hasta masa constante.

4.3.2. Dejar enfriar el recipiente (4.2.1.) en el desecador (4.2.3.) durante un mínimo de 30 a 35 minutos y pesar con una precisión de 0,1 mg.

4.3.3. Pesar con una precisión de 0,1 mg en el recipiente (4.2.1.), entre 20 y 30 g de la muestra.

4.3.4. Poner el recipiente (4.2.1.) en la estufa (4.2.2.) y a continuación mantenerlo durante tres horas a una temperatura de 103 ± 2 °C.

4.3.5. Dejar enfriar el recipiente en el desecador (4.2.3.) y pesar con una precisión de 0,1 mg.

4.3.6. Colocar de nuevo el recipiente (4.2.1.) en la estufa (4.2.2.) a 103 ± 2 °C. Dejar enfriar en el desecador (4.2.3.) y pesar con una precisión de 0,1 mg. Repetir esta operación si la diferencia entre dos pesadas sucesivamente es superior a 1 mg. En la hipótesis de un aumento de masa, se retendrá para el cálculo la más baja de las cifras registradas.

4.3.7. El tiempo total de secado no deberá ser superior a 4 horas.

4.3.8. Observaciones.

Las operaciones descritas en los apartados 4.3.3. a 4.3.7. deberán efectuarse inmediatamente después de abrir los recipientes que contengan las muestras.

4.4. CALCULOS.-

La pérdida en masa expresada en tanto por ciento en masa se obtendrá según la siguiente fórmula:

$$\% \text{ pérdida de masa} = (m_1 - m_2) \times \frac{100}{m_o}$$

Siendo:

m_o = Masa, en gramos, de la toma para ensayo.

m_1 = Masa, en gramos, de la cápsula con la toma para ensayo y la tapadera antes de la desecación.

m_2 = Masa, en gramos, de la cápsula con la toma para ensayo y la tapadera después de la desecación.

4.5. REPETIBILIDAD.-

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultáneamente en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra, no deberá sobrepasar los 0,02 g por cada 100 g de muestra.

4.6. REFERENCIAS.-

- Directiva de la Comisión (79/796/CEE) de 26 de julio de 1979, Anexo II, todo 1.

5. MATERIA SECA TOTAL (Refractometría)

5.1. PRINCIPIO.-

Es la cantidad de sólidos totales obtenida mediante la medida del índice de refracción a 20 °C y posterior transformación en materia seca mediante tablas de conversión.

Este método es aplicable a azúcar líquido, azúcar líquido invertido y jarabe de azúcar invertido.

5.2. MATERIAL Y APARATOS.-

5.2.1. Refractómetro que permite la lectura del índice de refracción con precisión de la cuarta cifra decimal, provisto de termómetro y un dispositivo de circulación de agua a 20 ± 0,5 °C.

5.2.2. Fuente luminosa, constituída por una lámpara de vapores de sodio.

5.3. PROCEDIMIENTO.-

Disolver los cristales presentes en la muestra efectuando una dilución 1:1 (m/m).

Medir en refractómetro (5.2.1.) el índice de refracción de la muestra a 20 °C.

5.4. CALCULOS.-

La materia seca se calcula utilizando los índices de refracción de las soluciones de sacarosa a 20 °C de la tabla adjunta corregida añadiendo 0,022 por cada 1% de azúcar invertido presente en la muestra.

Cuando la muestra ha sido diluída con agua siguiendo la relación 1:1 (m/m). La cantidad calculada de la materia seca se multiplicará por 2.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultánea o inmediatamente una después de la otra, en las mismas condiciones, por el mismo analista y sobre la misma muestra no debe sobrepasar 0,2 g por 100 g de muestra.

5.5. REFERENCIAS.-

- Directiva de la Comisión (79/796/CEE), de 26 de julio de 1.979 Anexo II. Método 3.

TABLAS DE REFERENCIA

Índices de refracción (n) de las soluciones de sacarosa a 20 °C (1)

n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)
1,3330	0,009	1,3365	2,436	1,3400	4,821	1,3435	7,164	1,3470	9,466
1,3331	0,078	1,3366	2,505	1,3401	4,888	1,3436	7,230	1,3471	9,531
1,3332	0,149	1,3367	2,574	1,3402	4,956	1,3437	7,296	1,3472	9,596
1,3333	0,218	1,3368	2,642	1,3403	5,023	1,3438	7,362	1,3473	9,661
1,3334	0,288	1,3369	2,711	1,3404	5,091	1,3439	7,429	1,3474	9,726
1,3335	0,358	1,3370	2,779	1,3405	5,158	1,3440	7,495	1,3475	9,791
1,3336	0,428	1,3371	2,848	1,3406	5,225	1,3441	7,561	1,3476	9,856
1,3337	0,498	1,3372	2,917	1,3407	5,293	1,3442	7,627	1,3477	9,921
1,3338	0,567	1,3373	1,985	1,3408	5,360	1,3443	7,693	1,3478	9,986
1,3339	0,637	1,3374	3,053	1,3409	5,427	1,3444	7,759	1,3479	10,051
1,3340	0,707	1,3375	3,122	1,3410	5,494	1,3445	7,825	1,3480	10,116
1,3341	0,776	1,3376	3,190	1,3411	5,562	1,3446	7,891	1,3481	10,181
1,3342	0,846	1,3377	3,259	1,3412	5,629	1,3447	7,957	1,3482	10,246
1,3343	0,915	1,3378	3,327	1,3413	5,696	1,3448	8,023	1,3483	10,311
1,3344	0,985	1,3379	3,395	1,3414	5,763	1,3449	8,089	1,3484	10,375
1,3345	1,054	1,3380	3,463	1,3415	5,830	1,3450	8,155	1,3485	10,440
1,3346	1,124	1,3381	3,532	1,3416	5,897	1,3451	8,221	1,3486	10,505
1,3347	1,193	1,3382	3,600	1,3417	5,964	1,3452	8,287	1,3487	10,570
1,3348	1,263	1,3383	3,668	1,3418	6,031	1,3453	8,352	1,3488	10,634
1,3349	1,332	1,3384	3,736	1,3419	6,098	1,3454	8,418	1,3489	10,699
1,3350	1,401	1,3385	3,804	1,3420	6,165	1,3455	8,484	1,3490	10,763
1,3351	1,470	1,3386	3,872	1,3421	6,231	1,3456	8,550	1,3491	10,828
1,3352	1,540	1,3387	3,940	1,3422	6,298	1,3457	8,615	1,3492	10,892
1,3353	1,609	1,3388	4,008	1,3423	6,365	1,3458	8,681	1,3493	10,957
1,3354	1,678	1,3389	4,076	1,3424	6,432	1,3459	8,746	1,3494	11,021
1,3355	1,747	1,3390	4,144	1,3425	6,498	1,3460	8,812	1,3495	11,086
1,3356	1,816	1,3391	4,212	1,3426	6,565	1,3461	8,878	1,3496	11,150
1,3357	1,885	1,3392	4,279	1,3427	6,632	1,3462	8,943	1,3497	11,215
1,3358	1,954	1,3393	4,347	1,3428	6,698	1,3463	9,008	1,3498	11,279
1,3359	2,023	1,3394	4,415	1,3429	6,765	1,3464	9,074	1,3499	11,343
1,3360	2,092	1,3395	4,483	1,3430	6,831	1,3465	9,139	1,3500	11,407
1,3361	2,161	1,3396	4,550	1,3431	6,898	1,3466	9,205	1,3501	11,472
1,3362	2,230	1,3397	4,618	1,3432	6,964	1,3467	9,270	1,3502	11,536
1,3363	2,299	1,3398	4,686	1,3433	7,031	1,3468	9,335	1,3503	11,600
1,3364	2,367	1,3399	4,753	1,3434	7,097	1,3469	9,400	1,3504	11,664
1,3505	11,728	1,3560	15,207	1,3615	18,595	1,3670	21,896	1,3725	25,114
1,3506	11,792	1,3561	15,269	1,3616	18,655	1,3671	21,955	1,3726	25,172
1,3507	11,856	1,3562	15,332	1,3617	18,716	1,3672	22,014	1,3727	25,230
1,3508	11,920	1,3563	15,394	1,3618	18,777	1,3672	22,073	1,3728	25,287
1,3509	11,984	1,3564	15,456	1,3619	18,837	1,3674	22,132	1,3729	25,345
1,3510	12,048	1,3565	15,518	1,3620	18,898	1,3675	22,192	1,3730	25,403
1,3511	12,112	1,3566	15,581	1,3621	18,959	1,3676	22,251	1,3731	25,460
1,3512	12,176	1,3567	15,643	1,3622	19,019	1,3677	22,310	1,3732	25,518
1,3513	12,240	1,3568	15,705	1,3623	19,080	1,3678	22,369	1,3733	25,576
1,3514	12,304	1,3569	15,767	1,3624	19,141	1,3679	22,428	1,3734	25,633
1,3515	12,368	1,3570	15,829	1,3625	19,201	1,3680	22,487	1,3735	25,691
1,3516	12,431	1,3571	15,891	1,3626	19,262	1,3681	22,546	1,3736	25,748
1,3517	12,495	1,3572	15,953	1,3627	19,322	1,3682	22,605	1,3737	25,806
1,3518	12,559	1,3573	16,016	1,3628	19,382	1,3683	22,664	1,3738	25,863
1,3519	12,623	1,3574	16,078	1,3629	19,443	1,3684	22,723	1,3739	25,921
1,3520	12,686	1,3575	16,140	1,3630	19,503	1,3685	22,781	1,3740	25,978
1,3521	12,750	1,3576	16,201	1,3631	19,564	1,3686	22,840	1,3741	26,035
1,3522	12,813	1,3577	16,263	1,3632	19,624	1,3687	22,899	1,3742	26,093
1,3523	12,877	1,3578	16,325	1,3633	19,684	1,3688	22,958	1,3743	26,150
1,3524	12,940	1,3579	16,387	1,3634	19,745	1,3689	23,017	1,3744	26,207
1,3525	13,004	1,3580	16,449	1,3635	19,905	1,3690	23,075	1,3745	26,265
1,3526	13,067	1,3581	16,511	1,3636	19,865	1,3691	23,134	1,3746	26,322
1,3527	13,131	1,3582	16,573	1,3637	19,925	1,3692	23,193	1,3747	26,379
1,3528	13,194	1,3583	16,634	1,3638	19,985	1,3693	23,251	1,3748	26,436
1,3529	13,258	1,3584	16,696	1,3639	20,045	1,3694	23,310	1,3749	26,493
1,3530	13,321	1,3585	16,758	1,3640	20,106	1,3695	23,369	1,3750	26,551
1,3531	13,384	1,3586	16,819	1,3641	20,166	1,3696	23,427	1,3751	26,608
1,3532	13,448	1,3587	16,881	1,3642	20,226	1,3697	23,486	1,3752	26,665
1,3533	13,511	1,3588	16,943	1,3643	20,286	1,3698	23,544	1,3753	26,722
1,3534	13,574	1,3589	17,004	1,3644	20,346	1,3699	23,603	1,3754	26,779
1,3535	13,637	1,3590	17,066	1,3645	20,406	1,3700	23,661	1,3755	26,936
1,3536	13,700	1,3591	17,127	1,3646	20,466	1,3701	23,720	1,3756	26,893
1,3537	13,763	1,3592	17,189	1,3647	20,525	1,3702	23,778	1,3757	26,950
1,3538	13,826	1,3593	17,250	1,3485	20,585	1,3703	23,836	1,3758	27,007
1,3539	13,890	1,3594	17,311	1,3649	20,645	1,3704	23,895	1,3759	26,064
1,3540	13,953	1,3595	17,373	1,3650	20,705	1,3705	23,953	1,3760	27,121
1,3541	14,016	1,3596	17,434	1,3651	20,765	1,3706	24,011	1,3761	27,178
1,3542	14,079	1,3597	17,496	1,3652	20,825	1,3707	24,070	1,3762	27,234
1,3543	14,141	1,3598	17,557	1,3653	20,884	1,3708	24,128	1,3763	27,291
1,3544	14,204	1,3599	17,618	1,3654	20,944	1,3709	24,186	1,3764	27,348
1,3545	14,267	1,3600	17,679	1,3655	21,004	1,3710	24,244	1,3765	27,405
1,3546	14,330	1,3601	17,741	1,3656	21,063	1,3711	24,302	1,3766	27,462
1,3547	14,393	1,3602	17,802	1,3657	21,123	1,3712	24,361	1,3767	27,518
1,3548	14,456	1,3603	17,863	1,3658	21,183	1,3713	24,419	1,3768	27,575
1,3549	14,518	1,3604	17,924	1,3659	21,242	1,3714	24,477	1,3769	27,632
1,3550	14,581	1,3605	17,985	1,3660	21,302	1,3715	24,535	1,3770	27,688
1,3551	14,644	1,3606	18,046	1,3661	21,361	1,3716	24,593	1,3771	27,745
1,3552	14,707	1,3607	18,107	1,3662	21,421	1,3717	24,651	1,3772	27,802
1,3553	14,769	1,3608	18,168	1,3663	21,480	1,3718	24,709	1,3773	27,858
1,3554	14,832	1,3609	18,229	1,3664	21,540	1,3719	24,767	1,3774	27,915
1,3555	14,894	1,3610	18,290	1,3665	21,599	1,3720	24,825	1,3775	27,971
1,3556	14,957	1,3611	18,351	1,3666	21,658	1,3721	24,883	1,3776	28,028
1,3557	15,019	1,3612	18,412	1,3667	21,718	1,3722	24,941	1,3777	28,084
1,3558	15,082	1,3613	18,473	1,3668	21,777	1,3723	24,998	1,3778	28,141
1,3559	15,144	1,3614	18,534	1,3669	21,836	1,3724	25,056	1,3779	28,197
1,3780	28,253	1,3835	31,317	1,3890	34,310	1,3945	37,233	1,4000	40,091
1,3781	28,310	1,3836	31,372	1,3891	34,363	1,3946	37,286	1,4001	40,142
1,3782	28,366	1,3837	31,428	1,3892	34,417	1,3947	37,338	1,4002	40,194
1,3783	28,422	1,3838	31,482	1,3893	34,471	1,3948	37,381	1,4003	40,245
1,3784	28,479	1,3839	31,537	1,3894	34,524	1,3949	37,443	1,4004	40,296
1,3785	28,535	1,3840	31,592	1,3895	34,578	1,3950	37,495	1,4005	40,348
1,3786	28,591	1,3841	31,647	1,3896	34,632	1,3951	37,548	1,4006	40,399
1,3787	28,648	1,3842	31,702	1,3897	34,685	1,3952	37,600	1,4007	40,450
1,3788	28,704	1,3843	31,757	1,3898	34,739	1,3953	37,653	1,4008	40,501
1,3789	28,760	1,3844	31,812	1,3899	34,793	1,3954	37,705	1,4009	40,553
1,3790	28,816	1,3845	31,867	1,3900	34,846	1,3955	37,757	1,4010	40,604
1,3791	28,872	1,3846	31,922	1,3901	34,900	1,3956	37,810	1,4011	40,655
1,3792	28,928	1,3847	31,976	1,3902	34,953	1,3957	37,862	1,4012	40,706
1,3793	28,984	1,3848	32,031	1,3903	35,007	1,3958	37,914	1,4013	40,757
1,3794	29,040	1,3849	32,086	1,3904	35,060	1,3959	37,967	1,4014	40,808
1,3795	29,096	1,3850	32,140	1,3905	35,114	1,3960	38,019	1,4015	40,860
1,3796	29,152	1,3851	32,195	1,3906	35,167	1,3961	38,071	1,4016	40,911
1,3797	29,208	1,3852	32,250	1,3907	35,220	1,3962	38,123	1,4017	40,962
1,3798	29,264	1,3853	32,304	1,3908	35,274	1,3963	38,175	1,4018	41,013
1,3799	29,320	1,3854	32,359	1,3909	35,327	1,3964	38,228	1,4019	41,064
1,3800	29,376	1,3855	32,414	1,3910	35,380	1,3965	38,280	1,4020	41,115
1,3801	29,432	1,3856	32,468	1,3911	35,434	1,3966	38,332	1,4021	41,166
1,3802	29,488	1,3857	32,523	1,3912	35,487	1,3967	38,384	1,4022	41,217
1,3803	29,544	1,3858	32,577	1,3913	35,540	1,3968	38,436	1,4023	41,268
1,3804	29,600	1,3859	32,632	1,3914	35,593	1,3969	38,488	1,4024	41,319
1,3805	29,655	1,3860	32,686	1,3915	35,647	1,3970	38,540	1,4025	41,369
1,3806	29,711	1,3861	32,741	1,3916	35,700	1,3971	38,592	1,4026	41,420
1,3807	29,767	1,3862	32,795	1,3917	35,753	1,3972	38,644	1,4027	41,471
1,3808	29,823	1,3863	32,849	1,3919	35,806	1,3973	38,696	1,4028	41,522
1,3809	29,878	1,3864	32,904	1,3919	35,859	1,3974	38,748	1,4029	41,573
1,3810	29,934	1,3865	32,958	1,3920	35,912	1,3975	38,800	1,4030	41,623
1,3811	29,989	1,3866	33,013	1,3921	35,966	1,3976	38,852	1,4031	41,674
1,3812	30,045	1,3867	33,067	1,3922	36,019	1,3977	38,904	1,4032	41,725
1,3813	30,101	1,3868	33,121	1,3923	36,072	1,3978	38,955	1,4033	41,775
1,3814	30,156	1,3869	33,175	1,3924	36,125	1,3979	39,007	1,4034	41,826
1,3815	30,212	1,3870	33,230	1,3925	36,178	1,3980	39,059	1,4035	41,877
1,3816	30,267	1,3871	33,284	1,3926	36,231	1,3981	39,111	1,4036	41,928
1,3817	30,323	1,3872	33,338	1,3972	36,284	1,3982	39,163	1,4037	41,978
1,3818	30,378	1,3873	33,392	1,3928	36,337	1,3983	39,214	1,4038	42,029
1,3819	30,434	1,3874	33,446	1,3939	36,389	1,3984	39,266	1,4039	42,080
1,3820	30,489	1,3875	33,500	1,3930	36,442	1,3985	39,318	1,4040	42,130
1,3821	30,544	1,3876	33,555	1,3931	36,495	1,3986	39,370	1,4041	42,181
1,3822	30,600	1,3877	33,609	1,3932	36,548	1,3987	39,421	1,4042	42,231
1,3823	30,655	1,3878	33,663	1,3933	36,601	1,3988	39,473	1,4043	42,282
1,3824	30,711	1,3879	33,717	1,3934	36,654	1,3989	39,525	1,4044	42,332
1,3825	30,766	1,3880	33,771	1,3935	36,706	1,3990	39,576	1,4045	42,383
1,3826	30,821	1,3881	33,825	1,3936	36,759	1,3991	39,628	1,4046	42,433
1,3827	30,876	1,3882	33,879	1,3937	36,812	1,3992	39,679	1,4047	42,484
1,3828	30,932	1,3883	33,933	1,3938	36,865	1,3993	39,731	1,4048	42,534
1,3829	30,987	1,3884	33,987	1,3939	36,917	1,3994	39,782	1,4049	42,585
1,3830	31,042	1,3885	34,040	1,3940	36,970	1,3995	39,834	1,4050	42,635
1,3831	31,097	1,3886	34,094	1,3941	37,023	1,3996	39,885	1,4051	42,685
1,3832	31,152	1,3887	34,148	1,3942	37,075	1,3997	39,937	1,4052	42,736
1,3833	31,207	1,3888	34,202	1,3943	37,128	1,3998	39,988	1,4053	42,786
1,3834	31,262	1,3889	34,256	1,3944	37,180	1,3999	40,040	1,4054	42,836

(1) Los valores n de estas tablas se calculan a partir de la ecuación desarrollada por K. Rösenhauer para el ICUMSA, programados y evaluados por Frank C. Carpenter del USDA y publicados en Sugar J. 33, 15—22 (junio 1970). El índice de refracción ha sido medido a 20 °C con la raya O del Na. Brix (porcentaje en peso de sacarosa) ha sido obtenido pesando a 20 °C a una presión atmosférica de 760 torr (mm Hg) y con un 50% de humedad relativa. Estas tablas sustituyen a las tablas anteriores 47.012, undécima edición, aparecidas en Intern. Sugar J. 39, 224 (1937).

n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)
1,4053	42,887	1,4110	45,623	1,4165	48,302	1,4220	50,928	1,4275	53,501
1,4056	42,937	1,4111	45,672	1,4166	48,350	1,4221	50,975	1,4276	53,548
1,4057	42,987	1,4112	45,721	1,4167	48,399	1,4222	51,022	1,4277	53,594
1,4058	43,037	1,4113	45,770	1,4168	48,447	1,4223	51,069	1,4278	53,640
1,4059	43,088	1,4114	45,820	1,4169	48,495	1,4224	51,116	1,4279	53,686
1,4060	43,138	1,4115	45,869	1,4170	48,543	1,4225	51,164	1,4280	53,733
1,4061	43,188	1,4116	45,918	1,4171	48,591	1,4226	51,211	1,4281	53,779
1,4062	43,238	1,4117	45,967	1,4172	48,639	1,4227	51,258	1,4282	53,825
1,4063	43,288	1,4118	46,016	1,4173	48,687	1,4228	51,305	1,4283	53,871
1,4064	43,338	1,4119	46,065	1,4174	48,735	1,4229	51,352	1,4284	53,918
1,4065	43,388	1,4120	46,114	1,4175	48,784	1,4230	51,399	1,4285	53,964
1,4066	43,439	1,4121	46,163	1,4176	48,832	1,4231	51,446	1,4286	54,010
1,4067	43,489	1,4122	46,212	1,4177	48,880	1,4232	51,493	1,4287	54,056
1,4068	43,539	1,4123	46,261	1,4178	48,928	1,4233	51,540	1,4288	54,102
1,4069	43,589	1,4124	46,310	1,4179	48,976	1,4234	51,587	1,4289	54,148
1,4070	43,639	1,4125	46,359	1,4180	49,023	1,4235	51,634	1,4290	54,194
1,4071	43,689	1,4126	46,408	1,4181	49,071	1,4236	51,681	1,4291	54,241
1,4072	43,739	1,4127	46,457	1,4182	49,119	1,4237	51,728	1,4292	54,287
1,4073	43,789	1,4128	46,506	1,4183	49,167	1,4238	51,775	1,4293	54,333
1,4074	43,838	1,4129	46,555	1,4184	49,215	1,4239	51,822	1,4294	54,379
1,4075	43,888	1,4130	46,604	1,4185	49,263	1,4240	51,869	1,4295	54,425
1,4076	43,938	1,4131	46,652	1,4186	49,311	1,4241	51,916	1,4296	54,471
1,4077	43,988	1,4132	46,701	1,4187	49,359	1,4242	51,963	1,4297	54,517
1,4078	44,038	1,4133	46,750	1,4188	49,407	1,4243	52,010	1,4298	54,563
1,4079	44,086	1,4134	46,799	1,4189	49,454	1,4244	52,057	1,4299	54,609
1,4080	44,138	1,4135	46,848	1,4190	49,502	1,4245	52,104	1,4300	54,655
1,4081	44,187	1,4136	46,896	1,4191	49,550	1,4246	52,150	1,4301	54,701
1,4082	44,237	1,4137	46,945	1,4192	49,598	1,4247	52,197	1,4302	54,746
1,4083	44,287	1,4138	46,994	1,4193	49,645	1,4248	52,244	1,4303	54,792
1,4084	44,337	1,4139	47,043	1,4194	49,693	1,4249	52,291	1,4304	54,838
1,4085	44,386	1,4140	47,091	1,4195	49,741	1,4250	52,338	1,4305	54,884
1,4086	44,436	1,4141	47,140	1,4196	49,788	1,4251	52,384	1,4306	54,930
1,4087	44,486	1,4142	47,188	1,4197	49,836	1,4252	52,431	1,4307	54,976
1,4088	44,535	1,4143	47,237	1,4198	49,884	1,4253	52,478	1,4308	55,022
1,4089	44,585	1,4144	47,286	1,4199	49,931	1,4254	52,524	1,4309	55,067
1,4090	44,635	1,4145	47,334	1,4200	49,979	1,4255	52,571	1,4310	55,113
1,4091	44,684	1,4146	47,383	1,4201	50,027	1,4256	52,618	1,4311	55,159
1,4092	44,734	1,4147	47,431	1,4202	50,074	1,4257	52,664	1,4312	55,205
1,4093	44,783	1,4148	47,480	1,4203	50,122	1,4258	52,711	1,4313	55,250
1,4094	44,833	1,4149	47,528	1,4204	50,169	1,4259	52,758	1,4314	55,296
1,4095	44,882	1,4150	47,577	1,4205	50,217	1,4260	52,804	1,4315	55,342
1,4096	44,932	1,4151	47,625	1,4206	50,264	1,4261	52,851	1,4316	55,388
1,4097	44,981	1,4152	47,674	1,4207	50,312	1,4262	52,897	1,4317	55,433
1,4098	45,031	1,4153	47,722	1,4208	50,359	1,4263	52,944	1,4318	55,479
1,4099	45,080	1,4154	47,771	1,4209	50,407	1,4264	52,990	1,4319	55,524
1,4100	45,130	1,4155	47,819	1,4210	50,454	1,4265	53,037	1,4320	55,570
1,4101	45,179	1,4156	47,868	1,4211	50,502	1,4266	53,083	1,4321	55,616
1,4102	45,228	1,4157	47,916	1,4212	50,549	1,4267	53,130	1,4322	55,661
1,4103	45,278	1,4158	47,964	1,4213	50,596	1,4268	53,176	1,4323	55,707
1,4104	45,327	1,4159	48,013	1,4214	50,644	1,4269	53,223	1,4324	55,752
1,4105	45,376	1,4160	48,061	1,4215	50,691	1,4270	53,269	1,4325	55,798
1,4106	45,426	1,4161	48,109	1,4216	50,738	1,4271	53,316	1,4326	55,844
1,4107	45,475	1,4162	48,158	1,4217	50,786	1,4272	53,362	1,4327	55,889
1,4108	45,524	1,4163	48,206	1,4218	50,833	1,4273	53,408	1,4328	55,935
1,4109	45,574	1,4164	48,254	1,4219	50,880	1,4274	53,455	1,4329	55,980

n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)
1,4330	56,026	1,4385	58,503	1,4440	60,935	1,4495	63,324	1,4550	65,672
1,4331	56,071	1,4386	58,547	1,4441	60,979	1,4496	63,367	1,4551	65,714
1,4332	56,116	1,4387	58,592	1,4442	61,023	1,4497	63,410	1,4552	65,756
1,4333	56,162	1,4388	58,637	1,4443	61,066	1,4498	63,453	1,4553	65,798
1,4334	56,207	1,4389	58,681	1,4444	61,110	1,4499	63,496	1,4554	65,841
1,4335	56,253	1,4390	58,726	1,4445	61,154	1,4500	63,539	1,4555	65,883
1,4336	56,298	1,4391	58,770	1,4446	61,198	1,4501	63,582	1,4556	65,925
1,4337	56,343	1,4392	58,815	1,4447	61,241	1,4502	63,625	1,4557	65,967
1,4338	56,389	1,4393	58,859	1,4448	61,285	1,4503	63,668	1,4558	66,010
1,4339	56,434	1,4394	58,904	1,4449	61,329	1,4504	63,711	1,4559	66,052
1,4340	56,479	1,4395	58,948	1,4450	61,372	1,4505	63,754	1,4560	66,094
1,4341	56,525	1,4396	58,993	1,4451	61,416	1,4506	63,797	1,4561	66,136
1,4342	56,570	1,4397	59,037	1,4452	61,460	1,4507	63,840	1,4562	66,178
1,4343	56,615	1,4398	59,082	1,4453	61,503	1,4508	63,882	1,4563	66,221
1,4344	56,660	1,4399	59,126	1,4454	61,547	1,4509	63,925	1,4564	66,263
1,4345	56,706	1,4400	59,170	1,4455	61,591	1,4510	63,968	1,4565	66,305
1,4346	56,751	1,4401	59,215	1,4456	61,634	1,4511	64,011	1,4566	66,347
1,4347	56,796	1,4402	59,259	1,4457	61,678	1,4512	64,054	1,4567	66,389
1,4348	56,841	1,4403	59,304	1,4458	61,721	1,4513	64,097	1,4568	66,431
1,4349	56,887	1,4404	59,348	1,4459	61,765	1,4514	64,139	1,4569	66,473
1,4350	56,932	1,4405	59,392	1,4460	61,809	1,4515	64,182	1,4570	66,515
1,4351	56,977	1,4406	59,437	1,4461	61,852	1,4516	64,225	1,4571	66,557
1,4352	57,022	1,4407	59,481	1,4462	61,896	1,4517	64,268	1,4572	66,599
1,4353	57,067	1,4408	59,525	1,4463	61,939	1,4518	64,311	1,4573	66,641
1,4354	57,112	1,4409	59,569	1,4464	61,983	1,4519	64,353	1,4574	66,683
1,4355	57,157	1,4410	59,614	1,4465	62,026	1,4520	64,396	1,4575	66,725
1,4356	57,202	1,4411	59,658	1,4466	62,070	1,4521	64,439	1,4576	66,767
1,4357	57,247	1,4412	59,702	1,4467	62,113	1,4522	64,481	1,4577	66,809
1,4358	57,292	1,4413	59,746	1,4468	62,156	1,4523	64,524	1,4578	66,851
1,4359	57,337	1,4414	59,791	1,4469	62,200	1,4524	64,567	1,4579	66,893
1,4360	57,382	1,4415	59,835	1,4470	62,243	1,4525	64,609	1,4580	66,935
1,4361	57,427	1,4416	59,879	1,4471	62,287	1,4526	64,652	1,4581	66,977
1,4362	57,472	1,4417	59,923	1,4472	62,330	1,4527	64,695	1,4582	67,019
1,4363	57,517	1,4418	59,967	1,4473	62,373	1,4528	64,737	1,4583	67,061
1,4364	57,562	1,4419	60,011	1,4474	62,417	1,4529	64,780	1,4584	67,103
1,4365	57,607	1,4420	60,056	1,4475	62,460	1,4530	64,823	1,4585	67,145
1,4366	57,652	1,4421	60,100	1,4476	62,503	1,4531	64,865	1,4586	67,186
1,4367	57,697	1,4422	60,144	1,4477	62,547	1,4532	64,908	1,4587	67,228
1,4368	57,742	1,4423	60,188	1,4478	62,590	1,4533	64,950	1,4588	67,270
1,4369	57,787	1,4424	60,232	1,4479	62,633	1,4534	64,993	1,4589	67,312
1,4370	57,832	1,4425	60,276	1,4480	62,677	1,4535	65,035	1,4590	67,354
1,4371	57,877	1,4426	60,320	1,4481	62,720	1,4536	65,079	1,4591	67,396
1,4372	57,921	1,4427	60,364	1,4482	62,763	1,4537	65,120	1,4592	67,437
1,4373	57,966	1,4428	60,408	1,4483	62,806	1,4538	65,163	1,4593	67,479
1,4374	58,011	1,4429	60,452	1,4484	62,849	1,4539	65,205	1,4594	67,521
1,4375	58,056	1,4430	60,496	1,4485	62,893	1,4540	65,248	1,4595	67,563
1,4376	58,101	1,4431	60,540	1,4486	62,936	1,4541	65,290	1,4596	67,604
1,4377	58,145	1,4432	60,584	1,4487	62,979	1,4542	65,333	1,4597	67,646
1,4378	58,190	1,4433	60,628	1,4488	63,022	1,4543	65,375	1,4598	67,688
1,4379	58,235	1,4434	60,672	1,4489	63,065	1,4544	65,417	1,4599	67,729
1,4380	58,279	1,4435	60,716	1,4490	63,108	1,4545	65,460	1,4600	67,771
1,4381	58,324	1,4436	60,759	1,4491	63,152	1,4546	65,502	1,4601	67,813
1,4382	58,369	1,4437	60,803	1,4492	63,195	1,4547	65,544	1,4602	67,854
1,4383	58,413	1,4438	60,847	1,4493	63,238	1,4548	65,587	1,4603	67,896
1,4384	58,458	1,4439	60,891	1,4494	63,281	1,4549	65,629	1,4604	67,938

n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)
1,4605	67,979	1,4660	70,249	1,4715	72,482	1,4770	74,678	1,4825	76,841
1,4606	68,021	1,4661	70,290	1,4716	72,522	1,4771	74,718	1,4826	76,880
1,4607	68,063	1,4662	70,331	1,4717	72,562	1,4772	74,758	1,4827	76,919
1,4608	68,104	1,4663	70,372	1,4718	72,602	1,4773	74,797	1,4828	76,958
1,4609	68,146	1,4664	70,413	1,4719	72,643	1,4774	74,837	1,4829	76,997
1,4610	68,187	1,4665	70,453	1,4720	72,683	1,4775	74,876	1,4830	77,036
1,4611	68,229	1,4666	70,494	1,4721	72,723	1,4776	74,916	1,4831	77,075
1,4612	68,270	1,4667	70,535	1,4722	72,763	1,4777	74,956	1,4832	77,113
1,4613	68,312	1,4668	70,576	1,4723	72,803	1,4778	74,995	1,4833	77,152
1,4614	68,353	1,4669	70,617	1,4724	72,843	1,4779	75,035	1,4834	77,191
1,4615	68,395	1,4670	70,658	1,4725	72,884	1,4780	75,074	1,4835	77,230
1,4616	68,436	1,4671	70,698	1,4726	72,924	1,4781	75,114	1,4836	77,269
1,4617	68,478	1,4672	70,739	1,4727	72,964	1,4782	75,153	1,4837	77,308
1,4618	68,519	1,4673	70,780	1,4728	73,004	1,4783	75,193	1,4838	77,347
1,4619	68,561	1,4674	70,821	1,4729	73,044	1,4784	75,232	1,4839	77,386
1,4620	68,602	1,4675	70,861	1,4730	73,084	1,4785	75,272	1,4840	77,425
1,4621	68,643	1,4676	70,902	1,4731	73,124	1,4786	75,311	1,4841	77,463
1,4622	68,685	1,4677	70,943	1,4732	73,164	1,4787	75,350	1,4842	77,502
1,4623	68,726	1,4678	70,984	1,4733	73,204	1,4788	75,390	1,4843	77,541
1,4624	68,768	1,4679	71,024	1,4734	73,244	1,4789	75,429	1,4844	77,580
1,4625	68,809	1,4680	71,065	1,4735	73,285	1,4790	75,469	1,4845	77,619
1,4626	68,850	1,4681	71,106	1,4736	73,325	1,4791	75,508	1,4846	77,657
1,4627	68,892	1,4682	71,146	1,4737	73,365	1,4792	75,547	1,4847	77,696
1,4628	68,933	1,4683	71,187	1,4738	73,405	1,4793	75,587	1,4848	77,735
1,4629	68,974	1,4684	71,228	1,4739	73,445	1,4794	75,626	1,4849	77,774
1,4630	69,016	1,4685	71,268	1,4740	73,485	1,4795	75,666	1,4850	77,812
1,4631	69,057	1,4686	71,309	1,4741	73,524	1,4796	75,705	1,4851	77,851
1,4632	69,098	1,4687	71,349	1,4742	73,564	1,4797	75,744	1,4852	77,890
1,4633	69,139	1,4688	71,390	1,4743	73,604	1,4798	75,784	1,4853	77,928
1,4634	69,181	1,4689	71,431	1,4744	73,644	1,4799	75,823	1,4854	77,967
1,4635	69,222	1,4690	71,471	1,4745	73,684	1,4800	75,862	1,4855	78,006
1,4636	69,263	1,4691	71,512	1,4746	73,724	1,4801	75,901	1,4856	78,045
1,4637	69,304	1,4692	71,552	1,4747	73,764	1,4802	75,941	1,4857	78,083
1,4638	69,346	1,4693	71,593	1,4748	73,804	1,4803	75,980	1,4858	78,122
1,4639	69,387	1,4694	71,633	1,4749	73,844	1,4804	76,019	1,4859	78,160
1,4640	69,428	1,4695	71,674	1,4750	73,884	1,4805	76,058	1,4860	78,199
1,4641	69,469	1,4696	71,714	1,4751	73,924	1,4806	76,098	1,4861	78,238
1,4642	69,510	1,4697	71,755	1,4752	73,963	1,4807	76,137	1,4862	78,276
1,4643	69,551	1,4698	71,795	1,4753	74,003	1,4808	76,176	1,4863	78,315
1,4644	69,593	1,4699	71,836	1,4754	74,043	1,4809	76,215	1,4864	78,353
1,4645	69,634	1,4700	71,876	1,4755	74,083	1,4810	76,254	1,4865	78,392
1,4646	69,675	1,4701	71,917	1,4756	74,123	1,4811	76,294	1,4866	78,431
1,4647	69,716	1,4702	71,957	1,4757	74,162	1,4812	76,333	1,4867	78,469
1,4648	69,757	1,4703	71,998	1,4758	74,202	1,4813	76,372	1,4868	78,508
1,4649	69,798	1,4704	72,038	1,4759	74,242	1,4814	76,411	1,4869	78,546
1,4650	69,839	1,4705	72,078	1,4760	74,282	1,4815	76,450	1,4870	78,585
1,4651	69,880	1,4706	72,119	1,4761	74,321	1,4816	76,489	1,4871	78,623
1,4652	69,921	1,4707	72,159	1,4762	74,361	1,4817	76,528	1,4872	78,662
1,4653	69,962	1,4708	72,199	1,4763	74,401	1,4818	76,567	1,4873	78,700
1,4654	70,003	1,4709	72,240	1,4764	74,441	1,4819	76,607	1,4874	78,739
1,4655	70,044	1,4710	72,280	1,4765	74,480	1,4820	76,646	1,4875	78,777
1,4656	70,085	1,4711	73,320	1,4766	74,520	1,4821	76,685	1,4876	78,816
1,4657	70,126	1,4712	72,361	1,4767	74,560	1,4822	76,724	1,4877	78,854
1,4658	70,167	1,4713	72,401	1,4768	74,599	1,4823	76,763	1,4878	78,892
1,4659	70,208	1,4714	72,441	1,4769	74,639	1,4824	76,802	1,4879	78,931

n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)
1,4880	78,969	1,4920	80,497	1,4960	82,007	1,5000	83,500	1,5040	84,976
1,4881	79,008	1,4921	80,534	1,4961	82,044	1,5001	83,537	1,5041	85,013
1,4882	79,046	1,4922	80,572	1,4962	82,082	1,5002	83,574	1,5042	85,049
1,4883	79,084	1,4923	80,610	1,4963	82,119	1,5003	83,611	1,5043	85,086
1,4884	79,123	1,4924	80,648	1,4964	82,157	1,5004	83,648	1,5044	85,123
1,4885	79,161	1,4925	80,686	1,4965	82,194	1,5005	83,685	1,5045	85,159
1,4886	79,199	1,4926	80,724	1,4966	82,232	1,5006	83,722	1,5046	85,196
1,4887	79,238	1,4927	80,762	1,4967	82,269	1,5007	83,759	1,5047	85,233
1,4888	79,276	1,4928	80,800	1,4968	82,307	1,5008	83,796	1,5048	85,269
1,4889	79,314	1,4929	80,838	1,4969	82,344	1,5009	83,833	1,5049	85,306
1,4890	79,353	1,4930	80,876	1,4970	82,381	1,5010	83,870	1,5050	85,343
1,4891	79,391	1,4931	80,913	1,4971	82,419	1,5011	83,907	1,5051	85,379
1,4892	79,429	1,4932	80,951	1,4972	82,456	1,5012	83,944	1,5052	85,416
1,4893	79,468	1,4933	80,989	1,4973	82,494	1,5013	83,981	1,5053	85,452
1,4894	79,506	1,4934	81,027	1,4974	82,531	1,5014	84,018	1,5054	85,489
1,4895	79,544	1,4935	81,065	1,4975	82,569	1,5015	84,055	1,5055	85,525
1,4896	79,582	1,4936	81,103	1,4976	82,606	1,5016	84,092	1,5056	85,562
1,4897	79,620	1,4937	81,140	1,4977	82,643	1,5017	84,129	1,5057	85,598
1,4898	79,659	1,4938	81,178	1,4978	82,681	1,5018	84,166	1,5058	85,635
1,4899	79,697	1,4939	81,216	1,4979	82,718	1,5019	84,203	1,5059	85,672
1,4900	79,735	1,4940	81,254	1,4980	82,755	1,5020	84,240	1,5060	85,708
1,4901	79,773	1,4941	81,291	1,4981	82,793	1,5021	84,277	1,5061	85,744
1,4902	79,811	1,4942	81,329	1,4982	82,830	1,5022	84,314	1,5062	85,781
1,4903	79,850	1,4943	81,367	1,4983	82,867	1,5023	84,351	1,5063	85,817
1,4904	79,888	1,4944	81,405	1,4984	82,905	1,5024	84,388	1,5064	85,854
1,4905	79,926	1,4945	81,442	1,4985	82,942	1,5025	84,424	1,5065	85,890
1,4906	79,964	1,4946	81,480	1,4986	82,979	1,5026	84,461	1,5066	85,927
1,4907	80,002	1,4947	81,518	1,4987	83,016	1,5027	84,498	1,5067	85,963
1,4908	80,040	1,4948	81,555	1,4988	83,054	1,5028	84,535	1,5068	86,000
1,4909	80,078	1,4949	81,593	1,4989	83,091	1,5029	84,572	1,5069	86,036
1,4910	80,116	1,4950	81,631	1,4990	83,128	1,5030	84,609	1,5070	86,072
1,4911	80,154	1,4951	81,668	1,4991	83,165	1,5031	84,645	1,5071	86,109
1,4912	80,192	1,4952	81,706	1,4992	83,202	1,5032	84,682	1,5072	86,145
1,4913	80,231	1,4953	81,744	1,4993	83,240	1,5033	84,719	1,5073	86,182
1,4914	80,269	1,4954	81,781	1,4994	83,277	1,5034	84,756	1,5074	86,218
1,4915	80,307	1,4955	81,819	1,4995	83,314	1,5035	84,792	1,5075	86,254
1,4916	80,345	1,4956	81,856	1,4996	83,351	1,5036	84,829	1,5076	86,291
1,4917	80,383	1,4957	81,894	1,4997	83,388	1,5037	84,866	1,5077	86,327
1,4918	80,421	1,4958	81,932	1,4998	83,425	1,5038	84,903	1,5078	86,363
1,4919	80,459	1,4959	81,969	1,4999	83,463	1,5039	84,939	1,5079	86,399

6. EQUIVALENTE EN DEXTROSA
(Método de valoración constante Lane-Eynon)

6.1. PRINCIPIO.-

6.1.1. "Poder reductor": El contenido en azúcares reductores expresado en términos de dextrosa anhidra (D-glucosa), calculado en % (m/m) de la muestra, y obtenido por valoración en el punto de ebullición de la solución de azúcares con relación a un volumen determinado de licor de Fehling en condiciones definidas, utilizando el azul de metileno como indicador.

6.1.2. "Equivalente en dextrosa": El poder reductor, calculado en % (m/m) sobre la materia seca de la muestra.

El método es aplicable a: glucosa líquida o jarabe de glucosa; glucosa atomizada o jarabe de glucosa deshidratado; dextrosa anhidra y dextrosa monohidratada.

6.2. MATERIAL Y APARATOS.-

6.2.1. Matraz de cuello estrecho, de 250 ml de capacidad.

6.2.2. Bureta acodada, con llave, de 50 ml de capacidad, graduada en 0,05 ml.

6.2.3. Pipetas aforadas, de 25 ml y 50 ml de capacidad.

6.2.4. Matraces aforados de 100 ml y 500 ml de capacidad.

6.2.5. Dispositivo de calefacción, que permita mantener la ebullición en las condiciones descritas del punto (6.4.1.) y observar el viraje de color en el punto final sin retirar el matraz (6.2.1.) de la fuente de calor (6.7.3.).

6.2.6. Cronómetro, que indique el tiempo transcurrido con 1 segundo de precisión como mínimo.

6.3. REACTIVOS.-

6.3.1. Licor de Fehling.

6.3.1.1. Solución A:

Disolver en agua, 69,3 g de sulfato de cobre (II) pentahidratado ($CuSO_4.5H_2O$) y completar hasta 1000 ml con agua.

6.3.1.2. Solución B:

Disolver en agua, 346 g de tartrato doble de sodio y potasio tetrahidratado ($KNaC_4H_4O_6.4H_2O$) y 100 g de hidróxido de sodio y completar con agua hasta 1000 ml. Decantar la solución límpida de todo sedimento que se pueda formar.

Conservar estas dos soluciones en botellas oscuras o amarillas.

Preparación del licor de Fehling.

Verter, mediante pipeta (6.2.3.) en el orden siguiente: 50 ml de la solución B (6.3.1.2.) y 50 ml de la solución A (6.3.1.1.) en un vaso de precipitados limpio y seco. Mezclar bien.

No conservar el licor de Fehling. Hacer una preparación y contrastarla, según (6.4.1.) cada día de utilización.

6.3.2. Dextrosa anhidra de referencia (D-glucosa) ($C_6H_{12}O_6$).

Secar el producto en una estufa a vacío durante 4 h a 100 ± 1 °C como mínimo y una presión de unos 10 K P_a (103 mbar).

6.3.3. Solución patrón de dextrosa de 0,600 g/100 ml.

Pesar, con 0,1 mg de precisión 0,6 g de dextrosa anhidra (6.3.2.), disolverla en agua; transvasar la solución a un matraz aforado de 100 ml (6.2.4.). Añadir agua hasta el aforo y mezclar.

Renovar esta solución cada día de utilización

6.3.4. Solución de azul de metileno de 0,1 g/100 ml.

Disolver 0,1 g de azul de metileno en 100 ml de agua.

6.4. PROCEDIMIENTO.-

6.4.1. Contraste del licor de Fehling

6.4.1.1. Tomar con pipeta 25 ml de licor de Fehling (6.3.1.) en un matraz de cuello estrecho, seco y limpio (6.2.1.).

6.4.1.2. Llenar la bureta (6.2.2.) con la solución patrón de dextrosa (6.3.3.).

6.4.1.3. Verter en el matraz (6.2.1.),18 ml de la solución patrón de dextrosa (6.3.3.). Agitar el matraz para mezclar bien el contenido.

6.4.1.4. Colocar el matraz en el dispositivo de calefacción (6.2.5.) previamente regulado de tal manera que la ebullición comience al cabo de 120 ± 15 segundos.

6.4.1.5. Cuando comience la ebullición, poner en funcionamiento el cronómetro a partir de cero.

6.4.1.6. Hacer hervir el contenido del matraz durante 120 segundos cronometrados.

Añadir 1 ml de solución de metileno (6.3.4.) hacia el final de este período.

6.4.1.7. Después de una ebullición de 120 segundos (controlada por cronómetro) comenzar a añadir la solución patrón de dextrosa de la bureta graduada (6.4.1.2.) en el matraz (6.2.1.) en cantidades de 0,5 ml hasta que el color del azul de metileno desaparezca (6.7.2.) y (6.7.3.).

Anotar el volumen total de solución patrón de dextrosa añadida comprendida la penúltima adición de 0,5 ml (X ml).

6.4.1.8. Repetir (6.4.1.1.) y (6.4.1.2.).

6.4.1.9. Verter de la bureta graduada al matraz (6.2.1.) una cantidad de solución patrón de dextrosa igual a (X-0,3) ml.

6.4.1.10. Repetir (6.4.1.4.), (6.4.1.5.) y (6.4.1.6.).

6.4.1.11. Después de haber hecho hervir durante 120 segundos (controlado por cronómetro), comenzar a añadir la solución patrón de dextrosa de la bureta graduada en el matraz (6.2.1.) en cantidades, al principio, de 0,2 ml y finalmente gota a gota hasta que desaparezca el color de azul de metileno.

Hacia el final de esta operación, el intervalo de tiempo entre las adiciones sucesivas de solución patrón de dextrosa debe ser de 10 a 15 segundos. Estas adiciones deben terminarse en 60 segundos, es decir que el tiempo total de ebullición no debe sobrepasar 180 segundos.

6.4.1.12. Puede ser necesario proceder a una tercera valoración con una adición inicial de solución patrón de dextrosa (6.4.1.9.) que sea ligeramente superior y convenientemente ajustada para obtener el resultado previsto.

6.4.1.13. Anotar el volumen en ml (Vo) de solución patrón de dextrosa utilizando hasta el punto final de la valoración (6.7.4.).

6.4.1.14. Vo debe situarse entre 19 y 21 ml de solución patrón de dextrosa. Si Vo sobrepasa estos límites, ajustar convenientemente la concentración de la solución A (6.3.1.1.) y repetir la operación de valoración.

6.4.1.15. Para la valoración cotidiana del licor de Fehling, dado que Vo se conoce con precisión, se necesita una sola valoración con una adición inicial de (Vo - 0,5) ml de solución patrón de dextrosa.

6.4.2. Examen preliminar de la muestra

6.4.2.1. Cuando no se conozca aproximadamente el poder reductor de la muestra, efectuar un examen preliminar para obtener su valor aproximado de manera que pueda calcularse la masa de la muestra a analizar (6.4.3.).

Este examen se efectúa:

6.4.2.2. Preparar una solución de Z% (m/v) de la muestra, "Z" tendrá un valor de estimación.

6.4.2.3. Ver (6.4.1.2.) utilizando la solución (6.4.2.2.) en lugar de la solución titulada de dextrosa.

6.4.2.4. Ver (6.4.1.1.).

6.4.2.5. Ver (6.4.1.3.), utilizando 10 ml de la solución (6.4.2.2.) en lugar de 18 ml de solución patrón de dextrosa.

6.4.2.6. Ver (6.4.1.4.).

6.4.2.7. Llevar a ebullición el contenido del matraz. Añadir 1 ml de solución azul de metileno (6.3.4.).

6.4.2.8. Una vez comience la ebullición, poner en marcha el cronómetro a partir de cero y empezar a añadir, cada 10 segundos, 1 ml de la solución (6.4.2.2.) de la bureta en el matraz hasta que desaparezca el color del azul de metileno.

Anotar el volumen total (Y ml) de solución (6.4.2.2.) añadida, comprendida la penúltima adición.

6.4.2.9. "Y" no debe ser superior a 50 ml. En caso contrario aumentar la concentración de la solución (6.4.2.2.) y repetir la valoración.

6.4.2.10. El poder reductor aproximado de la muestra preparada en porcentaje de masa viene dado por la fórmula siguiente:

$$\frac{60 \times Vo}{Y \times Z}$$

6.4.3. Muestra a analizar

Pesar, con 0,1 mg de precisión, una cantidad de muestra (M g) que contenga de 2,85 g a 3,15 g de azúcares reductores expresados en dextrosa anhidra (D-glucosa), utilizando para el cálculo la cifra aproximada conocida referente al poder reductor o la cifra aproximada obtenida en (6.4.2.10.).

6.4.4. Solución a analizar

Disolver en agua, la cantidad M de muestra a analizar y completar hasta 500 ml con agua.

6.4.5. Determinación

6.4.5.1. Ver (6.4.1.1.).

6.4.5.2. Llenar la bureta (6.2.2.) con la solución a analizar (6.4.4.).

6.4.5.3. Verter de la bureta en el matraz 18,5 ml de la solución a analizar. Agitar el matraz para mezclar el contenido.

6.4.5.4. Ver (6.4.1.4.).

6.4.5.5. Ver (6.4.1.5.).

6.4.5.6. Ver (6.4.1.6.).

6.4.5.7. Ver (6.4.1.7.); utilizar la solución a analizar (6.4.4.) en lugar de la solución patrón de dextrosa.

6.4.5.8. Ver (6.4.1.8.).

6.4.5.9. Ver (6.4.1.9.), utilizar la solución a analizar (6.4.4.) en lugar de la solución patrón de dextrosa.

6.4.5.10. Ver (6.4.1.10.).

6.4.5.11. Ver (6.4.1.11.); utilizar la solución a analizar (6.4.4.) en lugar de la solución patrón de dextrosa.

6.4.5.12. Anotar el volumen (V_1) de la solución a analizar (6.4.4.) utilizado hasta el final de la valoración.

6.4.5.13. V_1 debe estar comprendido entre 19 y 21 ml de solución a analizar. Si sobrepasa estos límites, ajustar convenientemente la concentración de la solución a analizar y repetir (6.4.5.1.) a (6.4.5.12.).

6.4.5.14. Efectuar dos determinaciones con la misma solución a analizar.

6.4.6. Contenido en materia seca

Determinar el contenido en materia seca de la muestra utilizando el método oficial número 7.

6.5. CALCULOS.-

6.5.1. Poder reductor:

El poder reductor, calculado en porcentaje con relación a la masa de la muestra, viene dado por la fórmula:

$$\frac{300 \times Vo}{V_1 \times M}$$

Siendo:

Vo = Volumen, en mililitros, de la solución patrón de dextrosa (6.3.3.) utilizando en la valoración de calibrado (6.4.1.).

V_1 = Volumen, en mililitros, de la solución a analizar (6.4.4.), utilizado en la valoración de la determinación (6.4.5.).

M = Masa, en gramos, de la muestra a analizar (6.4.3.) utilizada para obtener 500 ml de solución a analizar.

6.5.2. Equivalente en dextrosa.

El equivalente en dextrosa, calculado en porcentaje con relación a la masa de la materia seca de la muestra, viene dado por la fórmula:

$$\frac{PR \times 100}{D}$$

Siendo:

PR = Poder reductor, calculado en porcentaje con relación a la masa de la muestra (6.5.1.).

D = Contenido en materia seca de la muestra preparada en porcentaje de masa.

6.5.3. Tomar como resultado la media aritmética de dos determinaciones que satisfagan las exigencias relativas a repetibilidad.

6.6. REPETIBILIDAD.-

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultáneamente o inmediatamente una después de la otra, en las mismas condiciones, por el mismo analista y sobre una misma muestra, no debe sobrepasar el 1% de su media aritmética.

6.7. OBSERVACIONES.-

6.7.1. Es necesario que, una vez comenzada la ebullición, el desprendimiento de vapor sea vivo y continuo durante todo el proceso de valoración, para evitar en lo posible la entrada de aire en el matraz de valoración y la reoxidación de su contenido.

6.7.2. La desaparición del color del azul de metileno se observa mejor en las capas superiores y en el menisco del contenido del matraz de valoración que están relativamente exentos de precipitado de óxido de cobre (I) rojo. La desaparición del color es más visible con luz indirecta. Es útil colocar una pantalla blanca detrás del matraz de valoración.

6.7.3. La bureta graduada deberá estar lo más aislada posible de la fuente de calor en el curso de la determinación.

6.7.4. Dado que siempre hay que tener en cuenta el factor individual, cada analista deberá efectuar su propia valoración de normalización y utilizar su propio valor Vo para los cálculos.

6.8. REFERENCIAS.-

- Directiva de la Comisión (79/796/CEE), de 26 de julio de 1979. Anexo II. Mètodo 8.

7. MATERIA SECA (Por desecación en vacio)

7.1. PRINCIPIO.-

El contenido en materia seca es la cantidad de sólidos totales determinada mediante una estufa de desecación en vacío, a una presión no superior a 3,3 KPa (34 mbar) y a una temperatura de 70 ± 1 °C, en el que se introducirá una determinada cantidad de muestra diluida y mezclada con tierra de diatomeas en el caso del jarabe de glucosa y del jarabe de glucosa deshidratada.

El método es aplicable a glucosa líquida o jarabe de glucosa, glucosa atomizada o jarabe de glucosa deshidratado, dextrosa anhidra, dextrosa monohidratada, dextrosa en polvo, fructosa, maltosa y lactosa.

7.2. MATERIAL Y APARATOS.-

7.2.1. Estufa de desecación a vacío, provista de un regulador automático de la temperatura, de un termómetro y un manómetro para vacío (vacuómetro). La estufa estará diseñada de manera que asegure una difusión rápida del calor a las cápsulas colocadas en las bandejas porta-muestras.

7.2.2. Batería de secado del aire de circulación compuesta por una columna llena de gel de sílice recientemente activado o de un agente deshidratante equivalente y provista de un indicador de humedad.

Esta columna estará montada en serie con un lavador de gases que contenga ácido sulfúrico concentrado, que estará conectado a la entrada de aire de la estufa.

7.2.3. Bomba de vacío capaz de mantener, en la estufa, una presión inferior a 3,3 KPa (34 mbar).

7.2.4. Cápsula metálica de fondo plano inatacable por las muestras y las condiciones de análisis de un diametro mínimo de 100 mm y de una altura mínima de 30 mm.

7.2.5. Varilla de vidrio que tenga una longitud tal que no caiga dentro del recipiente.

7.2.6. Desecador, provisto de gel de sílice recientemente activado o de un deshidratante equivalente y con un indicador de humedad.

7.2.7. Balanza de precisión, de 0,1 mg de sensibilidad.

7.3. REACTIVOS.-

7.3.1. Tierra de diatomeas, de calidad analítica purificada en embudo Büchnear mediante repetidos lavados con ácido clorhídrico diluido, (1 ml de acido concentrado, densidad a 20 °C = 1,19 g/ml, por litro de agua). Se habrá completado el tratamiento cuando las aguas de lavado permanezcan definitivamente ácidas. Continuar el lavado con agua hasta que el pH de las aguas de filtración sea superior a 4. Secar en una estufa regulada a 103 ± 2 °C y conservar el polvo blanco obtenido en un recipiente herméticamente cerrado.

7.4. PROCEDIMIENTO.-

7.4.1. Verter, en la cápsula (7.2.4) provista de la varilla (7.2.5), unos 30 mg de tierra de diatomeas (7.3.1). Colocar el conjunto en la estufa (7.2.1) a 70 ± 1 °C y reducir la presión a 3,3 KPa (34 mbar) o a un valor inferior. Secar durante cinco horas como mínimo, dejando penetrar una lenta corriente de aire a través de la batería de secado (7.2.2). Comprobar, de vez en cuando, la presión y corregirla si es necesario.

Restablecer la presión atmosférica en la estufa aumentando cuidadosamente el flujo de corriente de aire.

Colocar inmediatamente la cápsula con la varilla de vidrio en el desecador (7.2.6). Dejar enfriar y pesar.

Pesar, con precisión de 1 mg, unos 10 g de producto a analizar en un vaso de precipitados de 100 ml.

Diluir la muestra con 10 ml de agua caliente y trasvasar la solución cuantitativamente a la cápsula tarada, utilizando la varilla (7.2.5) y lavando tres veces con 5 ml de agua caliente. Homogeneizar muy cuidadosamente.

7.4.2. Colocar la cápsula, que contiene la toma para ensayo, y la varilla de vidrio en la estufa y reducir la presión a 3,3 KPa (34

mbar), o a un valor inferior. Durante la desecación a 70 ± 1 °C dejar circular una lenta corriente de aire seco.

Dejar funcionar durante 20 horas para llevar la operación de tal manera que la desecación esté muy avanzada hacia el final del primer día. Se dejará funcionar la bomba de vacío a la presión prevista, dejando penetrar una lenta corriente de aire seco con el fin de mantener, durante la noche, una presión aproximada de 3,3 KPa (34 mbar) o menos.

7.4.3. Restablecer la presión atmostérica en la estufa aumentando cuidadosamente el flujo de corriente de aire seco. Colocar inmediatamente la cápsula en el desecador. Dejar enfriar y pesar.

7.4.4. Proseguir la operación (7.4.2) durante 4 horas más.

A continuación restablecer la presión en la estufa, colocar inmediatamente la cápsula en el desecador. Dejar enfriar y pesar.

Comprobar que la masa obtenida es constante. Se considerará que lo es si la diferencia entre dos pesadas de la misma cápsula no exceda de 2 mg. En caso contrario, volver a efectuar la operación (7.4.4).

7.4.5. Para determinar el contenido en materia seca de la dextrosa monohidratada y de la dextrosa anhidra, seguir el procedimiento descrito sin utilizar la tierra de diatomeas ni el agua.

7.5. CALCULOS.-

La materia seca, expresada en porcentaje de la masa de la muestra a analizar se obtendrá según la siguiente fórmula:

$$\text{Materia seca (\%)} = (m_1 - m_2)\ \frac{100}{m_o}$$

Siendo:

m_o = Masa inicial, en gramos, de la toma para ensayo.

m_1 = Masa, en gramos, de la cápsula con la tierra de diatomeas la varilla de vidrio y el residuo de la desecación de la muestra.

m_2 = Masa, en gramos, de la cápsula con la tierra de diatomeas y la varilla de vidrio.

7.6. REPETIBILIDAD.-

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra, no deberá sobrepasar los 0,12 g por cada 10 g de muestra.

7.7. REFERENCIAS.-

- Directiva de la Comisión (79/796/CEE), de 26 de julio de 1979. Anexo II. Método 2.

8. CENIZAS SULFATADAS O SULFURICAS

8.1. PRINCIPIO.-

Determinación en un medio oxidante de la masa residual de la muestra después de la incineración a 525 °C en presencia de ácido sulfúrico y expresado en porcentaje de la masa de la muestra.

El método es aplicable a:

Azúcar terciado (amarillo) en cualquiera de sus formas de presentación (candí, en panes y granulado), azúcar moreno de caña; glucosa líquida o jarabe de glucosa; glucosa atomizada o jarabe de glucosa deshidratada; dextrosa anhidra; dextrosa monohidratada; dextrosa en polvo; maltosa y lactosa.

8.2. MATERIAL Y APARATOS.-

8.2.1. Horno eléctrico mufla, provisto de un pirámetro y susceptible de funcionar a la temperatura de 525 ± 25 °C.

8.2.2. Balanza de precisión de 0,1 mg de sensibilidad.

8.2.3. Crisoles para incineración, de platino o cuarzo, de volumen apropiado.

8.2.4. Desecador, provisto de gel de sílice recientemente activada o de un agente deshidratante equivalente y provisto de un indicador de humedad.

8.3. REACTIVOS.-

8.3.1. Acido sulfúrico diluido. Añadir lentamente 100 ml de ácido concentrado (densidad absoluta a 20 °C 1,84 g/ml; 96% (m/m)) a 300 ml de agua.

8.4. PROCEDIMIENTO.-

Calentar un crisol de incineración (8.2.3) a la temperatura de incineración, enfriar en el desecador y pesar. A continuación pesar en el crisol con 0,1 mg de precisión, 5 g de jarabe de glucosa o de jarabe de glucosa deshidratado o aproximadamente 10 g de dextrosa monohidratada o anhidra. A continuación añadir 5 ml de ácido sulfúrico (8.3.1) (8.7.1).

Calentar cuidadosamente el crisol que contiene la muestra sobre una llama o sobre una placa calefactora hasta la carbonización completa. En el curso de la carbonización, inflamar los vapores de la muestra (8.7.2). Colocar el crisol para la incineración (8.2.3) en el horno mufla (8.2.1) a 525 ± 25 °C hasta la obtención de cenizas blancas; generalmente se consigue en unas 2 horas (8.7.3).

Dejar enfriar la muestra unos 30 minutos en el desecador (8.2.4) y pesar.

8.5. CALCULOS.-

El contenido en cenizas sulfatadas o sulfúricas expresadas en porcentaje de masa de la muestra a analizar se obtendrá según la siguiente fórmula:

$$\text{\% de masa S} = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

Siendo:

m_o = Masa inicial, en gramos, de la toma para ensayo.
m_1 = Masa en gramos, de cenizas sulfatadas.

8.6. REPETIBILIDAD.-

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultáneamente en las mismas condiciones, por el mismo analista sobre la misma muestra, no deberá sobrepasar el 2% de su media aritmética.

8.7. OBSERVACIONES.-

8.7.1. Añadir el ácido sulfúrico en pequeñas cantidades para evitar una fuerte formación de espuma.

8.7.2. Tomar todas las precauciones posibles, en el curso de la primera carbonización, para evitar las pérdidas de muestras y de cenizas a consecuencia de una excesiva dilatación de la masa.

8.7.3. Si la muestra es difícil de carbonizar, el crisol podrá retirarse del horno mufla y después de enfriarlo, humedecer el residuo con algunas gotas de agua antes de volverlo a situar en la mufla.

8.8. REFERENCIAS.-

- Directiva de la Comisión (79/796/CEE), de 26 de julio. Anexo II. Método 9.

9. PODER ROTATORIO (POLARIZACION)

9.1. PRINCIPIO.-

La polarización es la rotación del plano de la luz polarizada por efecto de una solución de azúcar de 26 g de azúcar por 100 ml contenida en un tubo de 200 mm de longitud.

El poder rotatorio se determina mediante un sacarímetro o polarímetro siguiendo las condiciones del método descrito a continuación.

El método es aplicable a:

Azúcar semiblanco; azúcar blanco o azúcar blanquilla, azúcar refinado o azúcar blanco refinado y a cualquiera de sus formas de presentación (azúcar en polvo o azúcar glacé, azúcar candí o cande, azúcar en forma de panes, azúcar pilé, azúcar granulado, azúcar cuadradillo y azúcar de fantasía).

9.2. MATERIAL Y APARATOS.-

9.2.1. Sacarímetro, graduado para un peso normal de 26 g de sacarosa o polarímetro.

Este aparato debe instalarse en un local cuya temperatura se mantenga a 20 °C aproximadamente y debe calibrarse mediante placas de cuarzo patrón.

9.2.2. Fuente luminosa, constituida por una lámpara de vapor de sodio.

9.2.3. Tubos de precisión para polarímetro de 200 mm de longitud, cuyo error máximo sea de ± 0,02 mm.

9.2.4. Balanza de precisión, de 0,1 mg de sensibilidad.

9.2.5. Matraces aforados de 100 ml de capacidad, calibrados individualmente. Los matraces cuya capacidad real se sitúe entre los 100 ± 0,01 ml podrán utilizarse sin corrección. Los matraces cuya capacidad se sitúe fuera de estos límites deberán utilizarse con la corrección que sea apropiada para ajustar dicha capacidad a 100 ml.

9.2.6. Baño de agua provisto de un termómetro regulado a 20 ± 0,1 °C.

9.3. REACTIVOS.-

9.3.1. Solución de acetato de plomo básico. Añadir 560 g de acetato de plomo básico deshidratado a 1000 ml aproximadamente de agua recientemente hervida.

Hervir durante 30 minutos y dejarla reposar una noche aproximadamente.

Decantar la capa superior y diluir con agua recientemente hervida para obtener una solución de una densidad absoluta aproximada de 1,25 (densidad absoluta 20 = 1,25 g/ml).

Conservar esta solución al abrigo del aire.

9.3.2. Eter dietílico.

9.4. PROCEDIMIENTO.-

9.4.1. Preparación de la muestra.

Pesar 26 ± 0,002 g de muestra a analizar lo más rapidamente posible e introducirlos cuantitativamente en un matraz aforado de 100 ml (9.2..5) mediante unos 60 ml de agua.

Disolver agitando y sin calentar.

Cuando sea necesario clarificar, añadir 0,5 ml del reactivo de acetato de plomo (9.3.1).

Mezclar la solución por rotación del matraz, lavar las paredes del mismo con agua hasta que el volumen alcance una altura de unos 10 mm por debajo del aforo.

Colocar el matraz en el baño de agua regulado a 20 ± 0,1 °C (9.2.6) hasta que se estabilice la temperatura de la solución azúcar.

Eliminar, si es necesario, las burbujas formadas en la superficie del líquido, añadiendo una gota de éter dietílico (9.3.2).

Completar con agua hasta el aforo.

Mezclar cuidadosamente invirtiendo el matraz con la mano al menos tres veces.

Dejar reposar el matraz y su contenido durante 5 minutos.

9.4.2. Polarización.

Para las siguientes operaciones mantener la temperatura a 20 ± 0,1 °C.

Asegurarse de que el aparato está en el punto cero.

Filtrar la solución sobre papel de filtro. Eliminar los primeros 10 ml del filtrado. A continuación recoger 50 ml del filtrado.

Lavar el tubo polarimétrico enjuagándolo dos veces con el filtrado recogido.

Llenar cuidadosamente el tubo con la solución de sacarosa para examinar a 20 ± 0,1 °C.

Eliminar todas las burbujas de aire en el momento en que se deslice el obturador.

Colocar el tubo lleno en el aparato.

Leer la rotación con una aproximación de 0,05 °S ó 0,02 grados polarimétricos y efectuar cinco determinaciones. Tomar la media de las cinco lecturas.

9.5. EXPRESION DE LOS RESULTADOS.-

Los resultados se expresan en grado S con 0,1 °S de precisión. La transformación de grados polarimétricos en grados sacarimétricos, se efectúa mediante la fórmula:

grado S = grado del arco x 2,889

9.6. REPETIBILIDAD.-

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra y que representan cada una la media de cinco lecturas, no deberá ser superior a 0,1 °S.

9.7. REFERENCIAS.-

- Directiva de la Comisión (79/796/CEE), de 26 de julio de 1979. Anexo II. Método 10.

10. TIPO DE COLOR
(Método del Instituto de Bunswick)

10.1. PRINCIPIO.-

Determinación del tipo de color por comparación con unos patrones luminosos montados en unas pequeñas cajas.

El método es aplicable a: azúcar blanco o azúcar blanquilla, azúcar refinado o azúcar blanco refinado, azúcar en polvo o azúcar glasé azúcar candí o cande, azúcar en forma de panes, azúcar pilé, azúcar granulado y cuadradillo.

10.2. MATERIAL Y APARATOS.-

10.2.1. Escala de tipo de color de Brunswick O-6. Se monta una lámpara TL fluorescente a la luz del día en una cajita, abierta por delante, de 20 cm de profundidad, 120 cm de ancho y 50 cm de altura, de tal manera que la distancia perpendicular entre la lámpara y las muestras de azúcar sea de 35 cm aproximadamente.

Los ojos del analista estarán protegidos contra la luz directa de la lámpara por una pantalla de unos 15 cm de altura.

En las lámparas a utilizar debe tenerse en cuenta la importancia del reparto espectral de la intensidad luminosa.

Con el fin de que los tonos amarillentos o parduzcos de las muestras de azúcar resalten convenientemente, las paredes trasera y laterales de la caja estarán pintadas interiormente de color pardo mate (por ejemplo nogalina oscura). En el fondo, se coloca papel secante blanco, sobre el que la coloración del azúcar contraste netamente.

Se coloca la caja de modo que la lámpara esté aproximadamente a la altura de los ojos. Al efectuar la comparación, las muestras no deben recibir luz natural directa, ni estar iluminadas por lámparas del local, ya que esto dificulta el examen.

10.3. PROCEDIMIENTO.-

El azúcar, se introduce en las cajitas cuadradas, forradas interiormente de azul claro o blanco (de 60 mm de lado y 28 mm de altura) y se iguala con la tapadera.

Es necesario procurar que las cajas que contienen la muestra y las muestras-tipo estén llenas hasta el borde.

El color de los forros de todas las cajas debe ser absolutamente el mismo, en caso contrario pueden obtenerse resultados erróneos.

Las cajas deben colocarse una contra otra, sin espacio intermedio. En consecuencia, las cajas redondas no son apropiadas.

Para comenzar, la muestra se compara aproximadamente intercalándola en distintos lugares de la escala de tipos; después se la compara cuidadosamente con los tipos más próximos, colocándola alternativamente a izquierda y derecha del tipo de comparación.

Hallar la media aritmética de los resultados de tres observadores independientes, expresándola en décimas de tipo de color.

Para azúcares cuya dimensión de cristales es diferente a la de la muestra -tipo, procede observar la coloración y no los reflejos de los cristales.

10.4. CALCULO.-

Número de puntos = Tipo de color x 2, es decir, 0,5 tipo de color = 1 punto.

10.5. REFERENCIAS.-

- Schneider F., A. Emmerich y J. Dubooourg, Zueker (1965) y Sucs. Frans., 106, 219 (1965).

11. AZUCARES REDUCTORES, EXPRESADOS EN AZUCARES INVERTIDOS
(Método del Instituto de Berlín)

11.1. PRINCIPIO.-

Los azúcares reductores, expresados en azúcares invertidos se determinan por la reducción de una solución de cobre (II) por medio de una solución de azúcares reductores. El óxido de cobre (I) formado se oxida por una solución de yodo en la que se determina el exceso por una valoración por retroceso con una solución titulada de tiosulfato de sodio.

El método es aplicable a:

Azúcar semiblanco en cualquiera de sus formas de presentación como: azúcar candí o cande, azúcar en forma de panes y azúcar granulado.

Y a los azúcares del método 12 que sobrepasen los 17 mg/kg de azúcares reductores.

11.2. MATERIAL Y APARATOS.-

11.2.1. Matraz Erlenmeyer de 300 ml

11.2.2. Pipetas de precisión

11.2.3. Buretas de precisión

11.2.4. Baño María con agua hirviendo.

11.3. REACTIVOS.-

11.3.1. Solución de cobre (II) (solución de Müller).

11.3.1.1. Disolver 35 g de sulfato de cobre (II) pentahidratado ($CuSO_4 . 5H_2O$) en 400 ml de agua hirviendo. Enfriar.

11.3.1.2. Disolver 173 g de tartrato doble de sodio y de potasio tetrahidratado (sal de Rochelle o sal de Seignette: $KNaC_4H_4O_6 . 4H_2O$) y 68 g de carbonato de sodio anhidro en 500 ml de agua hirviendo. Enfriar.

11.3.1.3. Mezclar las dos soluciones (11.3.1.1) y (11.3.1.2) en un matraz aforado de 1 litro y completar hasta 1000 ml con agua. Añadir 2 g de carbón activo, agitar, dejar reposar durante varias horas y filtrar sobre papel endurecido o sobre membrana filtrante.

Si, en el curso de la conservación, aparecen pequeñas cantidades de óxido de cobre (I), se debe volver a filtrar.

11.3.2. Solución de ácido acético 5 M.

11.3.3. Solución de yodo 0,01665 M.

11.3.4. Solución de tiosulfato de sodio 0,0333 M.

11.3.5. Solución de almidón:

Añádase a 1 l de agua hirviendo una mezcla de 5 g de almidón soluble disuelto en 30 ml de agua. Hervir durante tres minutos, dejar enfriar y añadir 10 mg de ioduro de mercurio (II) como conservante, si ello fuere necesario.

11.4. PROCEDIMIENTO.-

11.4.1. En un matraz erlenmeyer de 300 ml, tomar una cantidad de muestra (10 g o menos) que no contenga más de 30 mg de azúcar invertido y disolverla en 100 ml aproximadamente de agua.

Añadir 10 ml de la solución de cobre (II) (11.3.1) mediante una pipeta. Agitar y colocar el matraz al baño María hirviendo y mantenerlo exactamente 10 minutos. El nivel de la solución en el matraz debe estar, al menos, 20 mm por debajo del nivel de agua del baño. Enfriar rápidamente en corriente de agua fría. Durante esta operación, no agitar la solución con el fin de evitar que el oxígeno del aire coadyuve en la disolución de una parte del precipitado de óxido de cobre (I).

Añadir a la solución enfriada, 5 ml de ácido acético (11.3.2), sin agitar e inmediatamente después, mediante una bureta, un exceso (de 20 a 40 ml) de la solución de yodo (11.3.3).

Agitar para disolver el precipitado de cobre. Valorar el exceso de yodo con la solución de tiosulfato de sodio (11.3.4) en presencia de la solución de almidón (11.3.5) añadida para la valoración.

11.4.2. Proceder, previamente, a un ensayo en blanco con agua.

Determinar la corrección para cada preparación de solución de cobre (II) (11.3.1). La titulación no deberá ser superior a 0,1 ml.

11.4.3. Proceder a un ensayo en frío con la solución azucarada dejándola reposar a la temperatura ambiente durante 10 minutos para tener en cuenta los reductores eventualmente presentes tales como el dióxido de azufre.

11.5. CALCULOS.-

El volumen de la solución de yodo utilizada será igual al número de ml de la solución de yodo 0,01665 M añadidos en exceso, menos el número de ml de la solución de tiosulfato de sodio 0,0333 M utilizado para la valoración.

Sustraer del volumen de la solución de yodo 0,01665 M utilizada:

- el número de ml utilizados en la prueba en blanco (11.4.2).
- el número de ml utilizados en el ensayo en frío con la solución azucarada (11.4.3).
- 2 ml por cada 10 g de sacarosa que contenga la muestra o una cantidad proporcional si la muestra contuviese menos de 10 g de sacarosa (corrección para la sacarosa).

Una vez efectuadas estas correcciones, 1 ml de la solución de yodo consumida corresponde a 1 mg de azúcar invertido.

El contenido en azúcar invertido en porcentaje de muestra viene dado por la fórmula:

$$\frac{V_1}{10 \times m_o}$$

Siendo:

V_1 = Número de mililitros de la solución de yodo 0,01665 M después de la corrección

m_o = Masa, en gramos, de la muestra.

11.6. REPETIBILIDAD.-

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente en las mismas condiciones por el mismo analista, sobre una misma muestra, no deberá sobrepasar los 0,02 g por cada 100 g de muestra.

11.7. REFERENCIAS.-

- Directiva de la Comisión (79/796/CEE), de 26 de julio de 1979, Anexo II. Método 4.

12. AZUCARES REDUCTORES, EXPRESADOS EN AZUCARES INVERTIDOS (Método de Knight y Allen)

12.1. PRINCIPIO.-

Los azúcares reductores, expresados en azúcar invertido se determinan por la adición en exceso de un reactivo de cobre (II) seguido de reducción. La cantidad no reducida se valora por retroceso mediante una solución EDTA.

Este método es aplicable a azúcar blanco o azúcar blanquilla; azúcar refinado o azúcar blanco refinado en cualquiera de sus formas da presentación (azúcar en polvo o azúcar glasé; azúcar candí o cande; azúcar en forma de panes; azúcar pile; azúcar granulado, azúcar cuadradillo y azúcar de fantasía).

12.2. MATERIAL Y APARATOS.-

12.2.1. Tubos de ensayo de 150 x 20 mm.

12.2.2. Cápsula de porcelana blanca.

12.2.3. Balanza de precisión de 0,1 mg de sensibilidad.

12.3. REACTIVOS.-

12.3.1. Solución de sal disódica del ácido etilen-diamino-tetraacético (EDTA) de 0,0025 M. Disolver 0,930 g de EDTA en agua y completar hasta 1000 ml con agua.

12.3.2. Solución de indicador de muréxida. Añadir 0,25 g de muréxida a 50 ml de agua y mezclar con 20 ml de una solución acuosa de azul de metileno de 0,2 g/100 ml.

12.3.3. Reactivo alcalino de cobre.

Disolver 25 g de carbonato de sodio anhidro y 25 g de tartrato sódico-potásico tetrahidratado en aproximadamente 600 ml de agua que contenga 40 ml de hidróxido de sodio 1 M. Disolver 6 g de sulfato de cobre (II) pentahidratado en unos 100 ml de agua y añadirlo a la solución de tartrato. Completar con agua hasta 1000 ml. Esta solución tiene un tiempo de conservación de 1 semana.

12.3.4. Solución patrón de azúcares invertidos.

En un matraz aforado de 250 ml, disolver 23,75 g de sacarosa pura (12.3.5) en unos 120 ml de agua; añadir 9 ml de ácido clorhídrico (densidad = 1,16) y dejar reposar a la temperatura ambiente durante ocho días. Completar con agua hasta 250 ml y verificar la hidrólisis por una lectura del sacarímetro en un tubo de 200 mm. Deberá obtenerse -11,80 ± 0,05 °S (12.7.1). Mediante una pipeta, transferir 200 ml de esta solución a un matraz aforado de 2000 ml. Diluir con agua y, mientras se agita (para evitar una alcalinidad local excesiva), añadir 71,4 ml de hidróxido de sodio 1 ml/l que contenga 4 g de ácido benzoico (12.7.1).

Completar con agua hasta 2000 ml para obtener una solución de 1 g/100 ml de azúcar invertido. La solución deberá tener un pH de aproximadamente 3. Esta solución concentrada estable deberá diluirse inmediatamente antes de su empleo.

11.3.5. Sacarosa pura.

Muestra de sacarosa pura con un contenido en azúcares invertidos inferior a 0,001 g/100 g.

12.4. PROCEDIMIENTO.-

12.4.1. Análisis de la muestra.

En un tubo de ensayo (12.2.1) disolver en 5 ml de agua 5 g de azúcar tomados de la muestra a cuyo análisis se procede. Añadir 2 ml del reactivo de cobre (12.3.3) y mezclar. Sumergir el tubo en un baño de agua hirviente durante 5 minutos y después enfriarlo en agua fría.

Transferir cuantitativamente la solución contenida en el tubo de ensayo a una cápsula de evaporación (12.2.2), lavando el tubo de ensayo con algunos ml de agua. Añadir 3 gotas del indicador (12.3.2) y valorar mediante la solución de EDTA (12.3.1). V_o es el número de mililitros de EDTA utilizados para la valoración.

La solución vira del verde al gris antes del punto final y al púrpura en el punto final. El color púrpura desaparecerá lentamente debido a la oxidación del óxido de cobre (I) en óxido de cobre (II) con una velocidad que dependerá de la concentración del cobre reducido presente. El punto final de la valoración debe alcanzarse rápidamente.

12.4.2. Curva patrón.

Construir una curva patrón por la adición de cantidades conocidas de azúcares invertidos (solución (12.3.4) convenientemente diluida) a 5 g de sacarosa (12.3.5) y añadir suficiente agua fría para alcanzar los 5 ml de agua añadidos.

Llevar los valores de titulación (en ml) en función del porcentaje de los azúcares invertidos añadidos a los 5 g de sacarosa; la curva resultante presentará una línea recta entre las zonas correspondientes a 0,001 y 0,019 g de azúcares invertidos, por 100 g de muestra.

12.5. CALCULOS.-

Marcar sobre la curva patrón el porcentaje de azúcares invertidos correspondiente al valor de V_o ml de EDTA determinados en el análisis de la muestra (12.4.1).

Cuando en la muestra analizada existan concentraciones en azúcares invertidos superiores a 0,017 g/100 g de muestra a analizar, debe reducirse de forma adecuada el tamaño de la muestra tomada aplicando el procedimiento

operatorio (12.4.1); completar siempre la muestra a analizar hasta 5 g con sacarosa pura (12.3.1).

12.6. REPETIBILIDAD.-

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra, no deberá sobrepasar los 0,005 g por cada 100 g de muestra.

12.7. OBSERVACIONES.-

12.7.1. Para convertir °S en grados de arco, dividir por 2,889 (tubo de precisión de 200 mm; fuente luminosa constituida por una lámpara de vapor de sodio; temperatura del local donde se encuentre el aparato mantenida lo más cerca posible de 20 °C)

12.8. REFERENCIAS.-

- Directiva de la Comisión (79/796/CEE), de 26 de julio de 1.979. Anexo II. Método 5.

13. AZUCARES REDUCTORES, EXPRESADOS EN AZUCARES INVERTIDOS O EN D-GLUCOSA

13.1. PRINCIPIO.-

Los azúcares reductores expresados en azúcares invertidos, D-glucosa o equivalente de dextrosa, se obtienen mediante una ebullición de la solución de azúcares (eventualmente defecada) en presencia de una solución de cobre (II), parcialmente reducida a cobre (I). El exceso de cobre (II) que no ha sido reducido se determina por yodometría.

Este método es aplicable a:

El contenido en azúcares reductores (expresados en azúcar invertido) en: Azúcar líquido; azúcar líquido invertido y jarabe de azúcar invertido.

D-glucosa que, referida a la materia seca, representa el equivalente en dextrosa en: glucosa líquida o jarabe de glucosa y glucosa atomizada o jarabe de glucosa deshidratado.

La dextrosa (D-glucosa) en: dextrosa anhidra y dextrosa monohidratada.

13.2. MATERIAL Y APARATOS.-

13.2.1. Matraz erlenmeyer, de 300 ml de capacidad, provisto de un refrigerante de reflujo.

13.2.2. Cronómetro.

13.3. REACTIVOS.-

13.3.1. Solución de Carrez I.

Disolver en agua 21,95 g de acetato de zinc dihidratado $Zn(CH_3COO)_2.2H_2O$, 24 g de acetato de zinc trihidratado $Zn(CH_3COO)_2.3H_2O$, y 3 ml de ácido acético glacial. Completar hasta 100 ml con agua.

13.3.2. Solución Carrez II.

Disolver en agua 10,0 g de exacianoferrato II de potasio trihidratado $K_4(Fe(CN)_6).3H_2O$. Completar con agua hasta 100 ml.

13.3.3. Reactivo de Luff-Schoorl.

Preparar las soluciones siguientes:

13.3.3.1. Solución de sulfato de cobre (II): Disolver 25 g de sulfato de cobre (II) pentahidratado, $CuSO_4.5H_2O$, exento de hierro, en 100 ml de agua.

13.3.3.2. Solución de ácido cítrico: Disolver 50 g de ácido cítrico monohidratado $C_6H_8O_7 . H_2O$ en 50 ml de agua.

13.3.3.3. Solución de carbonato de sodio: en un matraz aforado de 1 litro, disolver 143,8 g de carbonato de sodio anhidro en unos 300 ml de agua caliente. Dejar enfriar.

13.3.3.4. Verter, agitando cuidadosamente, la solución de ácido cítrico (13.3.3.2) en la solución de carbonato de sodio (13.3.3.3). Agitar hasta la desaparición del desprendimiento gaseoso. A continuación, añadir la solución de sulfato de cobre (II) (13.3.3.1) y completar hasta 1000 ml con agua. Dejar reposar una noche y filtrar si es necesario. Controlar la molaridad del reactivo así obtenido según (13.4.1) (Cu 0,1 M; Na_2CO_3 1M).

13.3.5. Solución de tiosulfato de sodio 0,1 M.

13.3.6. Solución de almidón.

Añadir una mezcla de 5 g de almidón soluble disuelto en 30 ml de agua a 1 litro de agua hirviente. Hacer hervir durante 3 minutos, dejar enfriar, añadir eventualmente 10 mg de yoduro de mercurio (II) como agente conservador.

13.3.7. Acido sulfúrico 3 M.

13.3.8. Solución de yoduro de potasio al 30% (m/v).

13.3.9. Trozos de piedra pomez, hervidos en ácido clorhídrico. Lavados con agua hasta la desaparición de la acidez y secos.

13.3.10. Isopentanol.

13.3.11. Hidróxido de sodio 0,1 M.

13.3.12. Acido clorhídrico 0,1 M.

13.3.13. Solución de fenolftaleína en alcohol etílico al 1% (m/v).

13.4. PROCEDIMIENTO.-

13.4.1. Control del reactivo de Luff-Schoorl. (13.3.3)

13.4.1.1. Añadir a 25 ml del reactivo de Luff-Schoorl (13.3.3), 3 g de yoduro de potasio y 25 ml de ácido sulfúrico 3 M. (13.3.7).

Valorar con tiosulfato de sodio 0,1 M (13.3.5) en presencia de la solución de almidón (13.3.6) que se añadirá hacia el final de la valoración. La cantidad utilizada de tiosulfato de sodio 0,1 M debe ser de 25 ml.

13.4.1.2. En un matraz aforado de 100 ml, verter 10 ml de reactivo mediante una pipeta y ajustar hasta el enrase con agua.

En un erlenmeyer mezclar 10 ml de reactivo diluido y 25 ml de ácido clorhídrico 0,1 M (13.3.12) y calentar una hora en un baño de agua hirviente. Enfriar, llevar de nuevo al volumen inicial con agua recientemente hervida y valorar con hidróxido sódico 0,1 M (13.3.11) en presencia de fenolftaleína (13.3.13). La cantidad utilizada de hidróxido de sodio 0,1 M (13.3.11), debe estar comprendida entre 5,5 y 6,5 ml.

13.4.1.3. Valorar con ácido clorhídrico 0,1 M (13.3.12), en presencia de fenolftaleína (13.3.13), 10 ml del reactivo diluido (13.4.1.2). El viraje está marcado por la desaparición del color violeta.

La cantidad utilizada de ácido clohídrico 0,1 M debe estar comprendida entre 6 y 7,5 ml.

El reactivo de Luff-Schoorl debe tener un pH comprendido entre 9,3 y 9,4 a 20 °C.

13.4.2. Preparación de la muestra.

Pesar, con 1 mg de precisión, 5 g de muestra e introducirlos en un matraz aforado de 250 ml. Añadir 200 ml de agua. Si es necesario defecar añadiendo sucesivamente 5 ml de la solución de Carrez I (13.3.1) y 5 ml de la solución de Carrez II (13.3.2).

Agitar después de cada adición. Completar con agua hasta 250 ml. Mezclar. Filtrar, si es necesario.

Diluir esta solución de manera que 25 ml contengan al menos 15 mg y como máximo 60 mg de azúcares reductores expresados en glucosa.

13.4.3. Valoración por el método Luff-Schoorl.

Tomar con una pipeta 25 ml de reactivo Luff-Schoorl y colocarlos en un erlenmeyer de 300 ml (13.2.1), añadir mediante pipeta 25 ml de la solución eventualmente defecada de azúcar (13.4.2). Añadir dos trozos de piedra pómez (13.3.9). Situar inmediatamente el erlenmeyer (13.2.1) provisto de un refrigerante de reflujo en una tela metálica (rejilla) con una placa de amianto y una abertura que corresponda al diámetro del fondo del erlenmeyer.

Llevar el líquido a ebullición en unos 2 minutos. A partir de este momento, hervir lentamente durante 10 minutos exactamente. Enfriar inmediatamente en agua fría y transcurridos unos 5 minutos valorar como se indica:

Añadir 10 ml de solución de yoduro de potasio (13.3.8) e inmediatamente después y con precaución (debido al riesgo de formación excesiva de espuma) 25 ml de ácido sulfúrico 3 M. Valorar a continuación con la solución de tiosulfato sódico 0,1 M hasta la aparición de una coloración amarillo pálido, añadir algunos ml de solución de almidón (13.3.6) y proseguir la valoración hasta la desaparición de la coloración azul. Efectuar un ensayo en blanco sustituyendo los 25 ml de solución azucarada (13.1.2) por 25 ml de agua.

13.5. CALCULOS

Establecer, con la ayuda de la tabla adjunta, la cantidad en mg de glucosa o de azúcares invertidos que corresponda a la diferencia entre los valores de dos valoraciones, expresados en ml de tiosulfato sódico 0,1 M (si es necesario, efectuar la interpelación).

Expresar el resultado en % (m/m) de azúcares invertidos o de D-glucosa, referido a sustancia seca.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultáneamente, en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra, no deberá sobrepasar los 0,2 ml.

TABLA DE VALORES SEGUN LUFF-SCHOORL

$Na_2S_2O_3$ 0,1 mol/l	Glucosa, fructosa, azúcares invertidos $C_6H_{12}O_6$	
ml	mg	Diferencia
1	2,4	--
2	4,8	2,4
3	7,2	2,4
4	9,7	2,5
5	12,2	2,5
6	14,7	2,5
7	17,2	2,5
8	19,8	2,6
9	22,4	2,6
10	25,0	2,6
11	27,6	2,5
12	30,3	2,7
13	33,0	2,7
14	35,7	2,7
15	38,5	2,8
16	41,3	2,8
17	44,2	2,9
18	47,1	2,9
19	50,0	2,9
20	53,0	3,0
21	56,0	3,0
22	59,1	3,1
23	62,2	3,1

13.6. OBSERVACIONES

13.6.1. Antes de la acidificación con ácido sulfúrico, pudiera ser recomendable añadir alrededor de 1 ml de isopentanol para evitar la formación de espuma.

13.7. REFERENCIAS

- Directiva de la Comisión (79/796/CEE), de 26 de julio de 1979. Anexo II. Método 6.

17512 *ORDEN de 18 de julio de 1989 por la que se aprueba el método oficial de toma de muestras de fertilizantes.*

Como consecuencia de la integración de España en la Comunidad Económica Europea se hace necesario armonizar nuestra legislación nacional de los métodos para toma de muestras y control oficial de los fertilizantes, a la normativa comunitaria, representada principalmente por las Directivas de la Comisión 77/535/CEE de 22 de junio («Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 213, de 22 de agosto de 1977) y 87/566/CEE de 24 de noviembre («Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 342 de 4 de diciembre de 1987), y por la Directiva del Consejo 80/876/CEE de 15 de julio («Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número 250, de 23 de septiembre de 1980).

Teniendo en cuenta que una toma de muestras correcta es una operación difícil que requiere el máximo cuidado, es necesario insistir en la necesidad de obtener, con vistas al control oficial de los abonos, muestras que sean lo suficientemente representativas, requiriendo una aplicación estricta por parte de especialistas que tengan experiencia en la toma de muestras tradicional.

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, en relación con la disposición adicional segunda de la Ley 14/1986, de 25 de abril, General de Sanidad («Boletín Oficial del Estado» de 29 de abril), y artículo 149.1.1 y 16 de la Constitución Española.

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:

Unico.–Se aprueba como oficial el método para la toma de muestras de los fertilizantes que figura en el anexo de la presente Orden.

DISPOSICION ADICIONAL

Lo dispuesto en la presente Orden se dicta al amparo de lo dispuesto en el artículo 149.1.1 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, que entrará en vigor al día siguiente de su publicación en el «Boletín Oficial del Estado».

Madrid, 18 de julio de 1989.

ZAPATERO GOMEZ

Excmos. Sres. Ministros de Economía y Hacienda, de Industria y Energía, de Agricultura, Pesca y Alimentación y de Sanidad y Consumo.

ANEXO

METODO DE TOMA DE MUESTRAS

1. OBJETO

Obtener de un lote determinado una muestra representativa, con carácter oficial, para poder comprobar a partir de ella sus características de calidad y composición.

2. AMBITO DE APLICACION

Este método de toma de muestras se aplicará a los fertilizantes y afines.

3. DEFINICIONES LOTE

- Lote: Cantidad de producto que constituye una unidad de características presuntamente uniformes.
- Extracción basica: Cantidad tomada en un punto del lote.
- Muestra global: Conjunto de extracciones básicas que se efectúan en el mismo lote.
- Muestra reducida: Parte representativa de la muestra global obtenida por reducción de ésta.
- Muestra final: Parte de la muestra reducida.

4. MATERIAL Y APARATOS

4.1. Condiciones generales:

Los aparatos y utensilios destinados a la toma de muestras de fertilizantes y afines deberán encontrarse perfectamente limpios y secos y fabricados de un material que no produzca alteración alguna en las características del producto muestreado.

4.2. Aparatos y utensilios recomendados para la toma de muestras de fertilizantes sólidos, de forma manual o mecánica:

4.2.1. Pala

Será de fondo plano con bordes verticales.

4.2.2. Sonda

Su forma es la de un cilindro hueco cortado por uno de sus extremos en bisel, con el fin de facilitar su penetración. El diámetro mínimo interior del cilindro será aquél que permita un fácil deslizamiento del producto.

Las dimensiones aproximadas de la sonda que cumple las condiciones anteriores son:

Longitud del cilindro: 450 a 800 mm.
Diámetro exterior del cilindro: 25 a 45 mm
Espesor del cilindro: 1 a 5 mm (ver figura número 1).

4.2.3. Bolsas

Han de ser de utilización única, preferentemente de material plástico flexible y de dimensión aproximada de 30 x 40 cm (Fig 2).

4.2.4. Recipientes de muestreo para cintas transportadoras

Su forma y dimensiones se ajustarán aproximadamente a las que se indican en la figura número 3.

Los instrumentos y recipientes que se vayan a utilizar han de encontrarse perfectamente limpios y secos, y fabricados de un material que no experimente reacción alguna que altere las características del producto.

4.2.5. Divisor

Los aparatos destinados a dividir la muestra en partes aproximdadamente iguales podrán utilizarse tanto para las extracciones básicas como para la preparación de muestras reducidas y de muestras finales.