369R1265

4. 7. 69 Diario Oficial de las Comunidades Europeas Nº L 163/1

REGLAMENTO (CEE) Nº 1265/69 DE LA COMISIÓN

de 1 de julio de 1969

relativo a los métodos de determinación de calidad aplicables al azúcar comprado por los organismos de intervención

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Visto Reglamento nº 1009/67/CEE del Consejo, de 18 de diciembre de 1967, por el que se establece una organización común de mercados en el sector del azúcar (1), modificado por el Reglamento (CEE) nº 2100/68 (2), y, en particular, el apartado 8 de su artículo 9,

Considerando que el Reglamento (CEE) nº 782/68 de la Comisión, de 26 de junio de 1968, por el que se establecen las modalidades de aplicación en lo que se refiere a la compra de azúcar por los organismos de intervención (3) ha fijado distintas características de calidad para el azúcar blanco y el azúcar terciado; que es necesario prever una regulación uniforme a escala comunitaria con objeto de evitar que los Estados miembros apliquen métodos disintos para la determinación de dichas características de calidad;

Considerando que, para dicha regulación resulta oportuno seleccionar métodos de análisis generalmente conocidos;

Considerando que es conveniente aplicar los métodos de que se trate a las compras efectuadas por los organismos de intervención a partir de la entrada en vigor del Reglamento nº 1009/67/CEE, puesto que, a falta de dichos métodos, los contratos se han celebrado con reservas;

Considerando que las medidas previstas en el presente Reglamento se ajustan al dictamen del Comité de gestión del azúcar,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

Los métodos de determinación de las características de calidad del azúcar contempladas en el Reglamento (CEE) nº 782/68 se fijan como se indica en el Anexo.

Artículo 2

El presente Reglamento entrará en vigor el tercer día siguiente al de su publicatión en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas.*

Respecto de las compras efectuadas por los organismos de intervención, surtirá efecto a partir del 1 de julio de 1968.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 1 de julio de 1969.

Por la Comisión

El Presidente

Jean REY

(1) DO nº 308 de 18. 12. 1967, p. 1.
(2) DO nº L 309 de 24. 12. 1968, p. 4.
(3) DO nº L 145 de 27.6. 1968, p. 6.

ANEXO

MODOS DE OPERAR PARA LOS MÉTODOS DE DETERMNACIÓN DE LA CALIDAD DEL AZÚCAR BLANCO EN LA CEE

A. MÉTODOS PARA LA DETERMINACIÓN DE VALORES

1. **Contenido de cenizas:**

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

Aparatos

Instrumento para medir la conductibilidad que permita medir hasta 0,5 vS cm^{-1} (1), con una precisión de ± 2 %.

Se aconseja utilizar células de medida cuya temperatura pueda mantenerse a 20 °C ± 0,2 °C mediante un termostato.

Matraces aforados de 100 ± 0,05 cm^3, 500 ± 0,25 cm^3 y 1 000 ± 0,40 cm^3; pipetas terminales de 10 ± 0,02 cm^3 (2).

Para la preparación de cualquier solución (soluciones de azúcar y soluciones de cloruro potásico), se debe emplear agua bidestilada o desionizada, de conductibilidad específica inferior a 2 µS cm^{-1}.

Antes de su utilización todos los recipientes y pipetas deben enjuagarse cuidadosamente con agua de dicha calidad.

El calibrado de los instrumentos para medir la conductibilidad se hace mediante una solución de cloruro potásico N/5 000.

A tal fin, se disueleven en agua en un matraz aforado de 1 litro y se enrasan con agua, 745,5 mg de cloruro potásico (pro analysi) previamente calentados a aproximadamente 500 °C — es decir hasta que aparezca el rojo oscuro — para deshidratarieo.

Por medio de una pipeta se pasan 10 cm^3 de dicha solución (N 100) a un matraz aforado de 500 cm^3 y se enrasa con agua.

A 20 °C exactamente, dicha solución N 5 000 de cloruro potásico tendrá una conductibilidad específca de 26 ± 0,3 µS cm^{-1}, después de haber deducido la conductibilidad específica del agua utilizada.

Según el modo de funcionamiento del instrumento empleado para medir la conductibilidad, se deberá regular éste de modo que indique el valor anteriormente citado, aumentado con la conductibilidad específica del agua utilizada; o bien se empleará el valor anteriormente citado, aumentado con la conductibilidad específica del agua utilizada, para calcular la constante de la célula.

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

Modo de operar

Se prepara una solución azucarada de 28 g por 100 g, bien disolviendo 31,3 ± 0,1 g de azúcar a 20 ± 0,2 °C en un matraz controlado de 100 cm^3, bien disolviendo 28 g de azúcar en el agua y completando a 100 g.

Después de agitarla convenientemente, se introduce la solución en la célula de medida. Se efectúa la lectura cuando la temperatura de la solución alcanza exactamente 20 ± 0,2 °C. Hay que deducir del valor leído el 50 % del valor leído para el agua utilizada.

Se obtienen, pues, como resultados:

C_{28} = C leída — 0,5 C agua

C = Conductibilidad específica en µS cm^{-1}.

(1) 1µS cm^{-1} = 10^{-6}. $^{-1}$ cm^{-1}.

(2) Las tolerancias indicadas corresponden a las decisiones ISO.

El índice 28 indica que se ha operado con una solución azucarada al 28 por 100.

Número de puntos = $0{,}320 \cdot C_{28}$.

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

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

Para determinar la conductibilidad específica del agua utilizada, se opera de la manera siguiente:

Se agita en un matraz aforado de 100 cm^3 la misma cantidad de agua que se utiliza para la disolución del azúcar, se completa a 100 cm^3 y se mide a 20 °C aproximadamente. Cuando se efectúe dicha medida, no es necesario una gran precisión en el uso del termostato puesto que las posibles correcciones de temperatura son ciertamente inferiores a los márgenes de error.

2. **Tipo de color**

Método del Instituto de Bruswick.

Fuente: [Schneider F., A. Emmerich y J. Dubourg, Zucker 18,571 (1965) y Sucr. Frans., 106, 219 (1965)]

Aparatos

Una escala-standard de color de Brunswick 0-6.

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 alto, de modo que la distancia perpendicular entre la lámpara y las muestras de azúcar sea aproximadamente de 35 cm.

Se deben proteger los ojos del operador contra la luz directa de la lámpara mediante una pantalla de 15 cm aproximadamente de alto.

Se pueden señalar, como lámparas adecuadas, las lámparas Osram tipo HNT 120 o Philips tipo TL 25 W/55.

No se pueden utillizar las demás lámparas sin haberlas examinado prviamente, debido a la importancia de la distribución espectral de la intensidad luminosa.

Se pinta el interior de la parte trasera y de los laterales de la caja de marrón mate (por ejemplo con nogalina oscura) con objeto de que los tonos amarillentos o parduzcos de las muestras de azúcar resalten convenientemente.

Sobre el fondo se coloca papel secante blanco, de modo que contraste claramente la coloración del azúcar.

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.

Modo de operar

Se introduce el azúcar en las pequeñas cajas cuadradas, cuyo interior está forrado de azul claro o de blanco (60 mm de lado, 28 mm de alto), y se iguala con la tapadera.

Hay que procurar que las cajas que contienen la muestra o las muestras-tipo estén colmadas.

El tono de los forros de todas las cajas debe ser absolutamente igual, ya que, si no se, pueden obtener resultados erróneos.

Se deben colocar las cajas de manera yuxtapuesta, sin espacio intermedio; por consiguiente, no son adecuadas las cajas redondas.

Para empezar, se compara de manera aproximada la muestra intercalándola en distintos lugares de la escala standard, y después se la compara cuidadosamente con los tipos más cercanos.

Para hacer esto, se la coloca alternativamente a la izquierda y a la derecha del tipo de comparación.

Se halla la media de los resultados de tres observadores independientes.

Se expresa dicha media en décimas de tipo de color.

Para los azúcares cuyos cristales tienen una dimensión distinta de la de las muestras tipo procede observar la coloración y no los reflejos de los cristales.

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

3. **Coloración en solución**

Método Icumsa 4 después de filtración a través de filtro de membrana porosa de 0,45 µ (según el sistema de la intrusión de mercurio) o de 0,6 µ (según Hagen-Poiseuille).

(Fuente: Di Whalley, Métodos Icumsa para el análisis de los azúcares (1964), p. 57, Proc. 12 Ses. Icumsa 1958, p. 55).

Aparatos

Para la preparación de la solución serán necesarios Erlenmeyers (200 cm³), dispositivos de filtración al vacío para membranas filtrantes, matracitos al vacío (contenido: 500 o 250 cm³), trompa de vacío y membranas filtrantes, diámetro medio de los poros 0,45 µ (sistema de la intrusión de mercurio), o 0,6 µ (según Hagen-Poiseuille).

La concentración de la solución si determina mediante un refractómetro.

Para medir la extinción, se puede utilizar cualquier fotómetro que permita efectuar medidas a 420 ± 10 nm con una precisión suficiente.

Las cubetas deben elegirse de tal modo que, al comparar dos cubetas llenas de agua destilada, den extinción cero.

El espesor de la capa será por lo menos de 3 cm.

Modo de poerar

Se pesan 50 g ± 0,1 g de azúcar en un frasco Erlenmeyer de cuello ancho; se aãde o bien 50 g de agua destilada por pesada, o bien 50 cm³ de agua destilada (probeta graduada); después, se solubiliza por agitación o por agitador.

Es inútil buscar una mayor precisión en la concentración, puesto que ésta última puede variar en el momento de la filtración.

Mientras tanto, se ha puesto a remojo una membrana filtrante en agua destilada durate por lo menos 10 minutos y se coloca en el dispsitivo de filtración.

Después de dicha filtración, la solución queda al mismo tiempo desgaseda.

Se determina la concentración mediante refractómetro (° Brix) y se llena la cubeta que se ha enjuagado previamente con un poco de solución.

Se debe cerrar inmediatamente la cubeta para evitar la formación de estrías líquidas.

Se llena la cubeta testigo con agua destilada y se mide inmediatemente a 420 nm.

El agua utilizada en la cubeta testigo debe filtrarse a través de una membrana filtrante.

$$\text{Unidades Icumsa} = 1\,000 \cdot \varepsilon_{420} = 1000 \cdot \frac{100 \cdot E_{420}}{1 \cdot {}^{\circ}\text{Bx} \cdot d}$$

E = coeficiente de extinción

ε_{420} = extinción (leída)

1 = Espesor de capa (en cm)

d = densidad

número de puntos = $\frac{\text{unidades Icumsa}}{7{,}5}$, es decir, 7,5 unidades Icumsa valen 1 punto.

B. CRITERIOS COMPLEMENTARIOS

1. **Polarización**

Método Icumsa 1 para azúcar terciado (*fuente:* Proc. 12 Ses. Icumsa 1958, pág. 884 y siguientes; Proc. 13 Ses. Icumsa 1962, pág. 83 y siguientes; Proc. 14 Ses. Icumsa 1966).

Material

Polarímetro con escala internacional de azúcar (°S) de acuerdo con las definiciones del Icumsa.

Balanza analítica con una precisión de ± 0,001 g.

Matraces aforados de 100 cm³.

Dichos matraces se deben calibrar especialmente.

El volumen debe ser 100,00 ± 0.02 cm³ o corregido con dicha precisión. Los tubos de polarímetro de 200 mm no deben presentar un error superior a ± 0,03 mm.

Si se utilizan tubos más cortos, éstos deben tener la misma precisión relativa, por ejemplo 100 mm ± 0,015 mm

El paralelismo de las superficies terminales debe superar los 10 minutos de ángulo. Por rotación del tubo ajustado alrededor de su eje óptico, no debe percibirse modificación del valor de la media.

El cristal de los obturadores no debe presentar tensiones internas, es decir, que no debe presentar una actividad óptica. Sus superficies deben tener un paralelismo inferior a 5 minutos de ángulo.

El papel-filtro utilizado deberá tener un contenido de agua comprendido entre el 6 y el 8 %

Modo de operar

Se pesan 26 g ± 0,002 g de azúcar y se introducen en un matraz calibrado (ver más arriba) mediante aproximadamente 60 cm³ de agua destilada o desmineralizada.

Se disuelve el azúcar sin calentamiento.

Si ha sido preciso flocular, se añaden 0,5 cm³ de una solución de acetato de plomo básico.

Dicho reactivo debe cumplir las exigencias del Icumsa (*fuente:* De Whalley, Métodos Icumsa para el análisis de los azúcares (1964) pág. 122).

Después de mezclar ésto a fondo, se añade agua casi hasta la raya.

Se hace desaparecer la posible espuma mediante una gota de alcohol o de éter.

Después se coloca el matraz 15 minutos en un baño maría con termostato (para la temperatura, ver más adelante).

Se seca la pared interior del cuello del matraz con un papel filtro.

Se lleva exactamente hasta la raya con una pipeta de punta fina.

Se mezcla el contenido del matraz, volcándolo al menos cinco veces, manteniéndolo tapado con la mano.

Si se ha debido flocular, se pasa ahora a la filtración.

Se calculará el volumen del filtro de manera que se puedan echar 100 cm³ de una sola vez.

El embudo debe tener un tubo muy corto, para que se pueda colocar sobre el vidrio de forma que no se evapore la solución. Por la misma razon, se debe tapar el embudo con un cristal de reloj.

El tubo de polarización, previamente limpiado y secado, se llena dos veces hasta los dos tercios aproximadamente con la solución y se enjuaga cada vez. Al llenarlo, se tendrá cuidado de que no haya pompas de aire en el tubo.

Se introduce después el tubo en el polarímetro y se efectúan 5 medidas con una precisión de 0,05 °S.

a) Cuando se utiliza un sacarímetro provisto de un prisma de cuarzo, la rotación óptica del conjunto está en función de la temperatura. En dicho caso, antes de completar los 100 cm³, se llena la solución a la temperatura a que está el sacarímetro. La diferencia entre las dos temperaturas no será superior a 0,5 °C.

   Para los instrumentos con lectura visual, se harán cinco lecturas con una precisión de aproximadamente 0,05 °S.

   El valor se expresa con una precisión de una centésima de °S.

   Debe verificarse el sacarímetro mediante una lámina de cuarzo cuyo valor sea aproximadamente de 100 °S.

   Corrección de temperatura para sacarímetros provistos de un prisma de cuarzo:

   Añadir 0,03 °C por encima de 20 °C o deducir 0,03 °C por °C por debajo de 20 °C.

b) Cuando la medida se ha realizado por medio de un polarímetro de escala circular, se recomienda el empleo de tubos de doble cubierta. Se colocan en un termostata regulado a 20 °C ± 0,2 °C.

   La preparación del matracito debe realizarse asimismo a 20 °C ± 0,2 °C.

   Si no se pudiere hacer ésto, se establecará el valor de la manera siguiente:

$$S_t = S_{20} [1 + 0{,}00014 (t - 20)].$$

Ejemblo: $S_{20} = 98{,}45$ °S ; $t = 23{,}8$ °C

$$S_t = 98{,}45 (1 + 0{,}00014 \cdot 3{,}8)$$

$$= 98{,}45 \cdot 1{,}00053 = 98{,}50 \text{ °S}.$$

2. **Sustancias reductoras** (azúcar invertido)

Método Icumsa — Método del Instituto de Berlin.

Fuente: De Whalley, Métodos Icumsa para el análisis de azúcares (1964), pág. 25; Schneider F. y Emmerich A., Zucker — Beih. 1, 17 (1951).

Material

Baño maría, vasos Erlenmeyer de 300 cm³, pipetas, buretas de 50 cm³.

Reactivos

Licor de Müller = se disuelven 35 g de sulfato de cobre cristalizado ($CuSO_4 \cdot 5\,H_2O$), calidad para análisis, en 400 cm³ de agua caliente destilada.

Se disuelven, por otra parte, 173 g de sal de tartrato K-Na y 68 g de carbonato sódico anhidro en 500 cm³ de agua caliente.

Una vez enfriadas, se mezclan ambas soluciones en un matraz aforado de 1 litro y se enrasa con agua.

Se agita enérgicamente la solución con 2 g de carbón activo y después de haberla dejado reposar durante varias haras, se filtra a través de un papel de filtro consistente o a través de una membrana filtrante.

Si durante la conservación, se debe volver a filtrar la solución.

Ácido acético 5 N

Solución de yodo 0,0333 N

Solución de hiposulfito sódico 0,0333 N

Solución de almidón: solución soluble al 1 por 100 en una solución saturada de NaCk.

El título exacto de las soluciones de yodo y de hiposulfito deberá determinarse según el método habitual (por ejemplo, con el yoduro potásico).

Modo de operar

Se introducen 10 g de azúcar en un vaso Erlenmeyer de 300 cm³ y se disuelven en agua destilada o desmineralizada.

Se lleva la solución a 100 cm³ añadiendo agua. Se añaden 10 cm³ de licor de Müller (con una pipeta); se mezcla a fondo y se coloca en un baño maría hirviendo durante 10 minutos ± 5 segundos.

No se debe interrumpir la ebullición por la introducción del vaso en el baño maría.

Se colgarán los vasos de manera que el nivel de la solución quede 2 cm por debajo del nivel de agua.

Al final del tiempo de calentamiento, se enfría rápidamente en una corriente de agua fría. Durante dicha operación, no se debe mover la solución para evitar que el oxígeno del aire vuelva a solubilizar una parte del precipitado de óxido cuproso.

Se añaden 5 cm³ de ácido acético 5 N a la solución enfriada y se añade inmediatamente después y sin mezclar un exceso concido de solución de yodo de 0;0333 N (entre 20 y 40 cm³). Se disuelve entonces el precipitado agitando la soución.

El exceso de yodo se titula por medio de la solución de hiposufito 0,0333 N

Se deducen las correcciones que figuran a continuación del valor obtenido para el consumo de yodo (cm³) y que llamamos «valor en caliente»:

— El «valor en blanco» constituido por el consumo de yodo registrado durante un ensayo en el que se ha introducido agua en vez de la solución de azúcar y que se ha efectuado de la misma manera que se ha descrito para «el valor en caliente». Dicha corrección únicamente se debe determinar una vez para cada preparado de licor de Müller.

  Cuando se recurre a reactivos puros, no sobrepasa 0,1 cm³.

— El «valor en frío» constituido por el consumo de yodo registrado durante un ensayo en el que no se calienta la mezcla de la solución azucarada y del licor de Müller pero que se deja en reposo durante 10 minutos a temperatura ambiente antes de añadir el ácido acético.

— La «corrección para la sacarosa» por la cual se designa la acción reductora de la sacarosa. En las condiciones descritas (utilizando 10 g de azúcar) esta última es igual a 2,0 cm³.

Después de deducir estas tres correcciones, se obtiene un consumo de solución de yodo 0,0333 N para la cual 1 cm³ corresponde a 1 mg. de azúcar invertido en la muestra.

1 cm³ de solución de yodo representa, pues, 0,01 por 100 de azúcar invertido.

3. **Humedad**

Método Icumsa (*fuente:* De Whalley, Métodos Icumsa para el análisis de los azúcares, (1964), pág. 44).

Se pesan por lo menos 20 g de azúcar no molido en una cápsula de aluminio con tapa hermética, previamente tarada, o en un recipiente de cristal con tapa esmerilada.

Se elegirá el diámetro de dichos recipientes de modo que el espesor de la capa de azúcar no sea superior a 1 cm

Para una pesada de 20 g, dicho diámetro debe ser por lo menos de 6 cm.

Se introduce la muestra durante 3 horas en una estufa a 105 °C.

Durante el secado, se retiran las tapas de los recipientes.

Para el enfriamiento, se introducen los recipientes cerrados en un desecador. Se vuelve a pesar, después del enfriamiento, a temperatura ambiente. Para dichas pesedas, se utilizará una balanza analítica que tenga una sensibilidad de 0,1 mg.

$$\text{Humedad en \%} = \frac{\text{pérdida de peso en g}}{\text{g de azúcar}} \cdot 100.$$