R. LEES

ANALISIS DE LOS ALIMENTOS

METODOS ANALITICOS Y DE CONTROL DE CALIDAD

UNIVERSIDAD TECNICA DEL ECUADOR
POTENTIOR EST
FUNDADA EN 1620
QUITO

EDITORIAL ACRIBIA

Sistema Integrado de Bibliotecas
Biblioteca digital UCE
Calle Jerónimo Leyton y Gato Sobral – Cdla. Universitaria
+593 2230757 ext: 808 biblioteca.general@uce.edu.ec

BASE LEGAL PARA DIGITALIZACIÓN DE LIBROS CON DERECHOS DE AUTOR

El Sistema Integrado de Bibliotecas de la Universidad Central del Ecuador, digitalizará su acervo bibliográfico siempre y cuando sea para fines educativos y de investigación. No se permite la reproducción y distribución para la comercialización directa e indirecta del mismo.

La digitalización del material bibliográfico se lo realiza de acuerdo al Código Orgánico De La Economía Social de los Conocimientos, Creatividad e Innovación Art. 212 numeral 9, Literal ii "(…) Una biblioteca o archivo podrá, además, realizar los siguientes actos (…) La reproducción electrónica y comunicación pública de obras de su colección para ser consultadas gratuita y simultáneamente hasta por un número razonable de usuarios, sólo en terminales de redes de la respectiva institución o para usuarios de esa institución bajo su control, en condiciones que garanticen que no se puedan hacer copias electrónicas de esas reproducciones" y literal vii "La reproducción, adaptación, traducción, transformación, arreglo, distribución y comunicación de una obra protegida por derechos de autor o una prestación protegida por derechos conexos, en uno o más formatos accesibles para el uso exclusivo de personas con discapacidad".

Este material se considera un producto intelectual a favor de su autor; por tanto, la titularidad de sus derechos se encuentra protegida por el Código Orgánico De La Economía Social de los Conocimientos, Creatividad e Innovación. La violación a dichos derechos constituye un delito que será responsabilidad del usuario.

Este libro está disponible físicamente en:

BIBLIOTECA	Biblioteca General			**PISO**	02
				ESTANTE	25
				BANDEJA	21
CONVENIO INTERINSTITUCIONAL		**UNIVERSIDAD**			

R. LEES

Análisis de los alimentos

Métodos analíticos y de control de calidad

2.ª edición española

traducida de la 3.ª edición inglesa
por el

Dr. JOSE FERNANDEZ SALGUERO
Profesor adjunto de Tecnología
y Bioquímica de los Alimentos.
Facultad de Veterinaria. Universidad de Córdoba
España

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
OMNIUM SCIENTIARUM
FUNDADA EN 1620
QUITO
.U.C.E.I.
PESO/PESO

Editorial ACRIBIA
ZARAGOZA (España)

CUCEI
BIBLIOTECA CENTR

CONTENIDO

Lista de Tablas		VI
Prólogo		VII
Introducción		IX
Cómo usar el libro		X
Sección I	INDICE DE LOS METODOS DE ANALISIS ORDENADO POR ALIMENTOS	11
Sección II	METODOS DE ANALISIS DE LOS ALIMENTOS	59
Sección III	NOTAS SOBRE LOS METODOS GENERALES DE LABORATORIO UTILIZADOS EN ANALISIS DE ALIMENTOS	229
Capítulo 1	Toma de muestras	231
2	Técnicas de laboratorio	236
3	Cromatografía	245
4	Técnicas instrumentales y ópticas	254
5	Pruebas de degustación	269
6	Información útil al analista	276
Indice Alfabético		285

2.5. 6902

LISTA DE TABLAS

I	Factores de diversos acidos para soluciones 0,1 M	65
II	Relación entre el tiosulfato 0,005 M y el peso de los azucares presentes	91
III	Colorantes azules, verdes y negros	102
IV	Colorantes amarillos y anaranjados	102
V	Colorantes rojos	103
VI	Colores adicionales EEC	107
VII	Solventes adecuados para el desarrollo de los cromatogramas teñidos	108
VIII	Porcentaje de etanol, en volumen, a 15,56° C según el el peso específico aparente a 20° C	115
IX	Azucar invertido por cada 10 ml de solución de Fehling	119
X	Azucar invertido por cada 25 ml de solución de Fehling	120
XI	Contenido de dextrosa y levulosa determinado con solución de Fehling	121
XII	Contenido de lactosa determinado con solución de Fehling	122
XIII	Contenido de maltosa determinado con solución de Fehling	123
XIV	Factores para las determinaciones de Luff Schorl	124
XV	Relación entre el coeficiente de absorción y el coeficiente de dispersión (K/S) en función del porcentaje de reflectividad (100 R)	136
XVI	Composición extrema y media de las frutas	212
XVII	Indices de refracción de las soluciones de sacarosa a 20° C (porcentaje de peso en el aire)	213
XVIII	Corrección de la temperatura en las determinaciones refractométricas de los sólidos de la sacarosa	214
XIX	Grados de los principales papeles de filtro Whatman	237
XX	Preparación de las soluciones indicadoras usadas en la sección de métodos	241
XXI	Cambios de color y márgen de pH de algunos indicadores	241
XXII	Concentración de las soluciones acuosas de diversos ácidos comunes y del hidróxido amónico	241
XXIII	Variación con la temperatura del índice de refracción del agua destilada	254
XXIV	Rotación específica de soluciones de carbohidratos "100 por ciento" para la luz amarilla de sodio	257
XXV	Color absorbido o transmitido	258
XXVI	Filtros espectrales Ilford	259
XXVII	Elección del color del filtro para medir una solución de un color determinado	259
XXVIII	Elección de la muestra similar, codificada con el signo Ø, para la presentación en una prueba triangular	270
XXIX	Número de respuestas correctas requeridas para un número dado de pruebas triangulares	272
XXX	Comparaciones entre muestras emparejadas	274
XXXI	Términos utilizados para describir la textura y el sabor	275
XXXII	Correspondencias de pesos y medidas	276
XXXIII	Prefijos decimales para unidades de medida	277
XXXIV	Unidades base en el sistema "SI"	278
XXXV	Lista de pesos atómicos relativos, $A_r(^{12}C) = 12$)	278
XXXVI	Logaritmos	280
XXXVII	Antilogaritmos	282

PROLOGO

El objetivo propuesto en la revisión de este manual ha sido aumentar su utilidad para el químico analista. En esta edición, se ha trasladado al comienzo del libro la relación de los productos alimenticios y los métodos de análisis: un método quizás poco ortodoxo de presentación pero que facilita enormemente la consulta.

También se ha aumentado en este manual el número de métodos de análisis. Se ha ampliado alrededor de un veinticinco por ciento el índice de los métodos de análisis y el número de procedimientos se ha aumentado en una tercera parte. Se han revisado los capítulos que sirven de guía de los procedimientos de análisis y se han adaptado a las necesidades del analista.

Nunca se ha pretendido que esta publicación se considerara como un libro de texto convencional de análisis de alimentos que pudiera quedar sin usar en el anaquel de una biblioteca o que se convirtiera en obligatorio para los estudiantes. Los cambios introducidos pueden sorprender a los puristas que esperan en los libros científicos un desarrollo convencional. Yo creo, que después de unos momentos de reflexión, comprenderán las ventajas prácticas de la distribución adoptada y el valor de cada uno de las descripciones para el analista.

Los objetivos de este libro son: reunir en un volumen los métodos de análisis de mayor interés para el analista de la industria; presentar estos métodos de forma amena y facilmente comprensible y finalmente aportar una información que ayudará la tarea del analista.

La interpretación de los resultados obtenidos del análisis de lo diferentes productos alimenticios exige experiencia y conocimiento de los procedimientos de elaboración. Puesto que un sólo libro no puede cubrir todo el amplio campo de los alimentos, todas las notas que se adicionan a los métodos de análisis sirven unicamente de guía. El análisis de los alimentos se realiza con diversos fines que incluyen investigación, enseñanza, control, desarrollo y medida de las normas previamente establecidas. Aunque algunas de las secciones de este manual sean de interés para el investigador y el educador, se ha orientado principalmente hacia el control y el análisis químico. Los métodos descritos son procedimientos prácticos con los que se pueden obtener resultados reproductibles y en los que se ha limitado la dependencia de costosos equipos de investigación.

Los analistas, en general, son muy propensos a padecer la enfermedad del ERTEL - "Experimental Results Taken to Exceptional Limits". El principal síntoma detectable es la adopción de un excesivo perfeccionalismo.

El coste real del tiempo dedicado al trabajo y al análisis así como los costes del material y equipo analítico deben estar en equilibrio con la producción analítica del laboratorio.

La relación de las normas mínimas que se encuentran en diferentes Códigos no se han incluido por dos razones: las ventas no solo se realizan en el Reino Unido sino que tienen un ámbito más amplio y en segundo lugar que la publicación de las normas tienden a reducir la calidad de aquellos productos alimenticios cuyos niveles son aceptables pero que se encuentran muy cerca de la norma en cuestión. Sin embargo, cuando son muy evidentes, se han catalogado algunos valores en relación a determinados componentes.

UNIVERSIDAD TECNICA DEL ECUADOR
POTENTIOR EST
OMNIUM SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

INTRODUCCION

Este libro se ha escrito pensando en el químico analista. Los métodos descritos en la Sección II se han seleccionado porque proporcionan resultados reproductibles y porque son apropiados para los laboratorios de las industrias. Quizás algunos métodos no sean completamente adecuados para los centros de investigación cuyas necesidades difieren en ciertos aspectos fundamentales de las que tiene un atareado laboratorio de control. Los métodos que se describen en el texto dan resultados reproductibles que coinciden con los hallados por otros analistas. Poco importa que un resultado tenga un error absoluto del 0,1 por ciento si las normas para dicho caso particular se han basado en el método elegido. La mayor parte de los métodos de control descritos son procedimientos de investigación. Sólo aquellos métodos de investigación que requieren un complicado trabajo analítico han sido sustituidos por métodos más simples.

Tampoco se ha pretendido que el libro ofrezca extensas descripciones de la teoría implicada en las técnicas analíticas. En realidad tal tipo de información es más propia de los libros de texto sobre dichos aspectos particulares de la ciencia. Los capítulos finales se han incluido para que sirvan de discusión práctica a los problemas que suelen encontrarse en los análisis de control realizados en las industrias. Entre la información de tales capítulos se halla aquella que se repetiría varias veces si se incluyese en cada uno de los métodos que hacen uso de ella.

La Sección I ha sido compilada para disponer de un amplio sistema de entradas a los métodos analíticos adecuados a cada uno de los productos alimenticios. Casi todos los libros de análisis de alimentos se han escrito por capítulos dedicados cada uno de ellos a un tipo de producto distinto. Tal procedimiento da lugar a considerables repeticiones debido a que algunas técnicas analíticas son básicas y pueden usarse con diferentes tipos de productos alimenticios. La Sección I pretende evitar la repetición innecesaria. Este sistema tiene considerables ventajas puesto que permite disponer la sección de métodos por orden alfabético, con lo cual se facilita su consulta, y porque permite efectuar comparaciones entre los diversos métodos de análisis de los productos alimenticios. Finalmente he procurado evitar la terminología especializada y economizar palabras para facilitar la lectura al químico analista atareado.

COMO USAR EL LIBRO

Análisis de un producto alimenticio

(a) consultar los métodos aplicables al producto en la Sección I utilizando el orden alfabético de los diferentes productos alimenticios;
(b) usar los métodos de análisis descritos en la Sección II.

Determinación de algún componente

(a) consultar el orden alfabético del método en la Sección II;
(b) comprobar el número de la página en el indice al final del libro.

Factores de conversión

consultar la tabla correspondiente en la Sección III (6)

Tablas de logaritmos

consultar la tabla en la Sección III (6)

Discusión de los métodos indicados

consultar la Sección III

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
POTENTIOR EST SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

SECCION I

Indice de los métodos de análisis ordenado por alimentos

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
OMNIUM SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

Producto	*Determinación*	*Método*
Aceite de almendra	Preparación	como sea suministrada (AA)
	Acidos grasos libres	A7
	Antioxidantes	A17
	Color, medida del	C18
	Composición en glicéridos	C23, E5 a-b
	Enranciamiento	E1
	Examen organoléptico	E7
	Fracción insaponificable	F8
	Indice de acidez	A7
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de refracción (20° C ó 40° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Peso específico (15, 5° C)	P4
Aceite de cacahuete	Preparación	como sea suministrada (AA)
	Acidos grasos libres	A7
	Antioxidantes	A17
	Color, medida del	C18
	Composición en glicéridos	C23, E 5a-b
	Enranciamiento	E1
	Examen organoléptico	E7
	Fracción insaponificable	F8
	Indice de acidez	A7
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de refracción (40° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Nivel de oxidación	N5
	Peso específico (15,5° C)	P4
Aceite de cereales	Preparación	como sea suministrada (AA)
	Acidos grasos libres	A7
	Antioxidantes	A17
	Color, medida del	C18
	Composición en glicéridos	C23, E5a-b
	Enranciamiento	E1
	Examen organoléptico	E7
	Indice de acidez	A7
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de refracción (20° C ó 40° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Nivel de oxidación	N5
	Peso específico (15,5° C)	P4

Producto	*Determinación*	*Método*
Aceite de colza	Preparación	como sea suministrada (AA)
	Acidos grasos libres	A7
	Antioxidantes	A17
	Color, medida del	C18
	Composición en glicéridos	C23, E5a-b
	Enranciamiento	E1
	Examen organoléptico	E7
	Indice de acidez	A7
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de refracción (20° C ó 40° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Peso específico (15,5° C)	P4
Aceites comestibles	Preparación	como sean suministradas (AA)
	Aceite	G6e
	Acidos grasos libres	A7
	Antioxidantes	A17
	Examen de la grasa (usar el extracto etéreo sin adición de ácido)	
	Indice de acidez	A7
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de refracción (20° C ó 40° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Contenido en lecitina	F7
	Examen de la fase acuosa (si existe)	
	Acidez, expresada en ácido acético	A3
	Acidos no volátiles	A4, A3
	Acidos volátiles, expresados en ácidos acético	A4
	Alcalinidad de la ceniza	A13
	Ceniza	C7
	Ceniza soluble en agua	C9
	Color, medida del	C18
	Fósforo	F7
	Nitrógeno	N2
	pH	P6
	Sólidos totales	C33c
	Fósforo	F7

Producto	*Determinación*	*Método*
	Humedad	C33i
	Nitrógeno	N2
	Relación aceite/fase acuosa	—
	Tiempo necesario para clarificar (antes del reposo agitar durante 1 minuto)	—
Aceites esenciales	Preparación como sean suministradas (AA)	
	Aldehidos	A14
	Cidronela	C11
	Esteres	E3
	Examen por cromatografía de gases	C22
	Examen espectrofotométrico	E6
	Indice de refracción (20° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Peso específico	P4
	Residuo no volátil	S10
	Rotación óptica	R5
Aceites y grasas	Preparación como sean suministradas (AA)	
	Acidos grasos libres	A7
	Antioxidantes	A17
	Color, medida del	C18
	Composición en glicéridos	C23, E5a-b
	Enranciamiento	E1
	Examen organoléptico	E7
	Fracción insaponificable	F8
	Indice de acidez	A7
	Indice de Kirschner	I7
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de Polenske	I7
	Indice de refracción (20° C ó 40° C)	I6
	Indice de Reichert	I7
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Nivel de oxidación	N5
	Peso específico (15,5° C)	P4 z ó b
	Plomo	P8
	Punto de ascenso	P15
	Punto de fusión	P15
	Punto de fusión incipiente	P15
Aceite de oliva	Preparación como sea suministrada (AA)	
	Acidos grasos libres	A7
	Antioxidantes	A17
	Color, medida del	C18

Producto	*Determinación*	*Método*
	Composición en glicéridos	C 23, E5a-b
	Enranciamiento	E1
	Examen organoléptico	E7
	indice de acidez	A7
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de refracción (20° C ó 40° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Peso específico (15,5° C)	P4 a ó b
Aceite de sésamo	Preparación como sea suministrada	(AA)
	Acidos grasos libres	A7
	Antioxidantes	A17
	Color, medida del	C18
	Composición en glicéridos	C23, E5a-b
	Enranciamiento	E1
	Examen organoléptico	E7
	Indice de acidez	A7
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de refracción (20° C ó 40° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Peso específico (15,5° C)	P4 a ó b
Aceite de soja	Preparación como sea suministrada	(AA)
	Acidos grasos libres	A7
	Antioxidantes	A17
	Color, medida del	C18
	Composición en glicéridos	C23, E5a-b
	Enranciamiento	E1
	Examen organoléptico	E7
	Indice de acidez	A7
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de refracción (20° C ó 40° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Nivel de oxidación	N5
	Peso específico (15,5° C)	P5 a ó b
Agar-Agar	Preparación como sea suministrado	(AA)
	Arsénico	A18
	Ceniza	C7
	Color (solución al 2 por ciento)	C18
	Grado de resistencia	G5
	Humedad	C33c
	Plomo	P8

Producto	*Determinación*	*Método*
	Solubilidad	S11
	Turbidez (solución al 1 por ciento)	—
Alcaravea	Preparación	AI ó AA
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Aspecto microscópico	M6
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
Almidón	Preparación	como sea suministrado (AA)
	Acidez	A3b
	Aspecto microscópico	M6
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Fibra bruta	F3
	Grasa (aceite)	G6b
	Humedad	G33c
	Nitrógeno	N2
	Solubilidad	S11
Almidón de maíz	Preparación	como sea suministrado (AA)
	Acidez	A3b
	Aspecto microscópico	M6
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Fibra bruta	F3
	Fósforo	F7
	Grasa (como aceite)	G14
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Solubilidad	S11
Arroz	Preparación	AI
	Aspecto microscópico	M6
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Fósforo	F7
	Grasa	G6
	Humedad	C33c
	Número medio/100 gramos (calculado a partir de 5 gramos)	

Producto	*Determinación*	*Método*
Arrurrúz	Preparación	como sea suministrado (AA)
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Aspecto microscópico	M6
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Extracto acuoso	E9
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
Azúcar crudo (no refinado)	Preparación	como sea suministrado (AA)
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Humedad	C33a
	pH	P6
	Rotación óptica	R5
Azúcar refinado	Preparación,	como sea suministrado (AA)
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a
	Ceniza	C7
	Color (solución al 10 por ciento)	C18
	Densidad	D2
	Dióxido de azufre	D4
	Humedad	C33a
	pH	P6
	Rotación óptica (solución al 10 por ciento)	R5
Azúcar de repostería	Preparación	como sea suministrado (AA)
	Aceite mineral	A1
	Acidez, expresada en ácido cítrico	A3a
	Azucar invertido	S2
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a
	Ceniza	C7
	Color, identificación	C17
	Color, medida del	C18
	Componentes sólidos del jarabe de glucosa	S2
	Examen organoléptico	E7
	Gelatina	C31
	Grasa	G6

Producto	*Determinación*	*Método*
	Humedad	C33a ó e
	Humedad relativa en equilibrio	H3
	Nitrógeno	N2
	Proteina	P13
	Sacarosa	S2
	Sal	S3c
	Sólidos solubles	S6b
Bebidas	Ver los productos	
	Bebidas no alcohólicas	
	Cacao	
	Café	
	Café instantáneo	
	Naranjadas	
	Té	
	Té instantáneo	
	Zumos de frutas	
Bebidas no alcohólicas	Aceites volátiles	A2
	Acidez, expresada en ácido tartárico	A3a ó c
	Acido ascórbico	A5
	Acido benzoico	A6
	Alcalinidad de la ceniza	A13
	Alcohol (si es aplicable)	C26
	Azúcares reductores, expresados como azúcar invertido	C28 a ó b
	Benzoato sódico	B2
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Color, identificación del	C17
	Color, medida del	C18
	Dióxido de azufre	D4
	Examen organoléptico	E7
	Peso específico	P4a
	pH	P6
	Quinina	Q1
	Sacarina	S1
	Sacarosa	S2
	Sodio	S4
	Sólidos totales	S10
Cacao	Preparación como sea suministrado (AA)	
	Alcalinidad de la ceniza	A13
	Cafeína	C1
	Ceniza	C7

Producto	*Determinación*	*Método*
	Color, medida del	C18
	Examen microscópico	M6
	Examen organoléptico	E7
	Fibra bruta	F3
	Grasa	G6b
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Peso neto (si es aplicable)	P5
	Sacarosa	S2
	Solubilidad	S11
Café	Preparación	AC
	Alcalinidad de la ceniza	C13
	Cafeina	C2 a ó b
	Ceniza	C7
	Ceniza soluble en agua	C9
	Color, medida del	C18
	Examen microscópico	M6
	Examen organoléptico	E7
	Fibra bruta	F3
	Grasa	G6b
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Peso neto (si es aplicable)	P5
	Solubilidad	S11
Café	Preparación	como sea suministrado (AA)
instantáneo	Alcalinidad de la ceniza	C13
	Arsénico	A18
	Azúcares reductores, expresados en dextrosa	C28a
	Cafeina	C2 a ó b
	Ceniza	C7
	Ceniza soluble en agua	C9
	Cobre	C13
	Color, medidas del	C18
	Examen microscópico	M6
	Examen organoléptico	E7
	Grasa	G6b
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Peso neto (si es aplicable)	P5
	Plomo	P8
	Sólidos solubles en agua	S9
	Solubilidad	S11

Producto	*Determinación*	*Método*
Canela	Preparación	AA ó AC
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Examen microscópico	M6
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
Canelones	Preparación	AC, AI
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Componentes sólidos del huevo	C21
	Examen organoléptico	E7
	Fibra bruta	F3
	Fósforo	F7a
	Grasa	G6e
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Pérdida de cocción	P2
	Pérdida/ganancia de cocción	P2
	Proteina	P13
	Sal	S3
	Sólidos solubles en agua	S9
Cardamomo	Preparación	AA
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Examen microscópico	M6
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
Carne	Preparación	AKb
	Bases volátiles totales	B1
	Cadmio	C1
	Decoloración de la carne	D1
	Ceniza	C7
	Examen de grasa	

Producto	*Determinación*	*Método*
	Acidos grasos libres	A7
	Indice de acidez	A7
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Grasa	G6 a y h
	Humedad	C33e
	pH	P6
	Plomo	P8
	Relación nitrato-nitrito	R1
	Textura	T3e
Carne curada	Preparación (excepto*)	AJ
	Cadmio	C1
	Ceniza	C7
	Color, examén del	C16
	Decoloración	D1
	Dióxido de azufre	D4
	Examen organoléptico	E7
	Grasa	G6 a y h
	Humedad	C33e
	Nitritos	N1 ó R1
	Nitrógeno	N2
	Plomo	P8
	Proteina	P13
	Relación nitrato-nitrito	R1
	Sal	S3
	Sólidos totales	100- C33e
	Sulfitos, detección de	S12
	Textura*	T3e
Carne enlatada	Preparación	AH y AKb
	Almidón	A15 b ó c
	Cadmio	C1
	Ceniza	C7
	Contenido cárnico	C29
	Contenido cárnico escurrido (si es aplicable)	C30
	Examen organoléptico	E7b
	Gelatina	C3la
	Grasa	G6 a y h
	Humedad	C33e
	Nitrógeno	N2
	Peso neto	P4
	pH	P6

Producto	*Determinación*	*Método*
	Relación nitrato-nitrito	R1
	Sal	S3
	Sulfitos, detección de	S12
	Textura	T3e
	Vacio, medida del	M4
Carne de pollo	Preparación	AJ, AKb
	Bases volátiles totales	B1
	Composición en ácidos grasos	E5
	Grasa	G6a
	Humedad	C33e
	Nitrógeno	N2
	Proteina	P13
	Sustancias solubles en hexano	(como en E11)
Cebollas	Preparación	AF
	Acido ascórbico	A5
	Azúcares	S2, C27
	Color, medida del	C18
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Sabor picante	—
	Textura	T3c ó d
Cebollas desecadas	Preparación	AI
	Aceites volátiles	A2
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Examen microscópico	M6
	Examen organoléptico (en muestra reconstituida)	E7
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Nota: realizar las pruebas necesarias de las citadas en "Cebollas"	
Cereales para desayuno	Preparación	AI
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido (clarificar como se describe en el método C27d)	C28a
	Contenido en azúcar	C27d

Producto	*Determinación*	*Método*
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Proteína (x 6,25)	P13
Champiñones	Preparación	AKb
	Cadmio	C1
	Color, medida del	C12
	Humedad	C33c
	Materia seca	C33c
	Textura	T3c ó d
Chocolate	Preparación	AJ
	Ceniza	C7
	Fósforo	F7a
	Grasa	G6b
	Grasa, examen de	
	Acidos grasos libres	A7
	Composición en glicéridos	C23, E5a-b
	Indice de acidez	A3
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de refracción (40° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Manteca de cacao extraida con solventes	P11
	Punto de ascenso	P15
	Punto de fusión incipiente	P15
	Humedad	C33c
	Lactosa (clarificada)	L1b
	Lecitina (a partir del fósforo)	F7a
	Nitrógeno	N2
	Sacarosa	S2
Cilantro	Preparación	como sea suministrado (AA)
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Ceniza	C7
	Ceniza soluble en ácido	C8
	Examen microscópico	M6
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
Clavo desecado	Preparación	como sea suministrado (AA)
	Aceites volátiles	A2

Producto	*Determinación*	*Método*
	Arsénico	A18
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Examen microscópico	M6
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
Cola de pescado	Preparación	A1
	Arsénico	A18
	Ceniza	C7
	Color, medida del (solución al 1 por ciento)	C18
	Grasa	G6b
	Humedad	C33c
	Plomo	P8
	Resistencia de la gelatina	R4
	Solubilidad	S11
Col fermentada	Preparación como sea suministrada	(AA)
	Examen organoléptico	E7
	Peso escurrido	P3
	Peso neto	P5
	Sobre el líquido	
	Acidez total, expresada en ácido láctico	A3a
Condimentos	Preparación como sean suministrados	(AA)
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Examen microscópico	M6c
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
	Sal	S3
Conserva de picadillo de frutas	Preparación como sea suministrada	(AA)
	Acidez volatil	A4, A3 ó c
	Arsénico	A18
	Ceniza	C7
	Dióxido de azufre	D4

Producto	*Determinación*	*Método*
	Examen organoléptico	E7
	Grasa	G6e
	Peso neto (si es aplicable)	P5
	Sacarosa	S2
	Sólidos totales	C33e
Crema	Preparación como sea suministrada	(AA)
	Agua añadida	A12
	Ceniza	C7
	Grasa	G6
	Grasa, examen de	
	Acidos grasos libres	A7
	Indice de acidez	A3
	Indice de Kirschner	I7
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de Polenske	I7
	Indice de Reichert	I7
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
Cuajada al limón	Preparación como sea suministrada	(AA)
	Acidez, expresada en ácido cítrico	A3a
	Almidón	A15a
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a
	Color, examen del	C16
	Color, medida del	C18
	Componentes sólidos de la yema de huevo	C21
	Dióxido de azufre	D4
	Examen microscópico	M6
	Examen organoléptico	E7b
	Fosfato alcohólico	F5
	Humedad	C33e
	Peso neto	P5
	Sacarosa	S2
	Sólidos solubles totales	S6
"Curry" en polvo	Preparación como sea suministrado	(AA)
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Examen microscópico	M6
	Extracto acuoso	E9

Producto	*Determinación*	*Método*
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
	Plomo	P8
Embutidos	Preparación	Aka
	Agua añadida	A12a
	Almidón	A15
	Carbohidratos	C29a
	Carne magra	C29
	Carne total	C29a
	Ceniza	C7
	Condimentos	C29a
	Dióxido de azufre	D4
	Examen organoléptico	E7
	Grasa	G6a
	Humedad	C33e
	Nitrógeno	N2
	Pan	C29a
	Pérdida de cocción	P2
	Proteina	P13
	Proteina de la carne	C29a
	Prueba de fritura	P14
	Sal	S3
Encurtidos	Preparación como sean suministrados (AA)	
	Examen de muestra completa	
	Examen organoléptico	E7
	Peso escurrido	P3
	Peso neto	P5
	Proporción de los diferentes componentes	P3
	Examen de la fracción líquida	
	Acidez, expresada en ácido acético	A3b
	Acidos volátiles, expresados en ácido acético	A3b
	Azúcar (después de la inversión, ver S2)	C28a
	Ceniza	C7
	Fósforo	F7
	Nitrógeno	N2

Producto	*Determinación*	*Método*
	pH (solución al 2 por ciento)	P6
	Sal (neutralizar primero)	S3
	Sólidos totales	S10
	Nota: Otras pruebas posibles se citan en "cebollas"	
Esencia de limón	Preparación	como sea suministrada (AA)
	Aldehidos	A14
	Cidronela	C11
	Esteres	E3
	Examen por cromatografía de gases	C22
	Examen espectrofotométrico	E6
	Indice de refracción (20° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Peso específico	P4
	Resíduos no volátiles	S10
	Rotación óptica	R5
Esencia de naranja	Preparación	como sea suministrada (AA)
	Aldehidos	A14
	Cidronela	C11
	Esteres	E3
	Examen por cromatografía de gases	E22
	Examen espectrofotométrico	E6
	Indice de refracción (20° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Peso específico	P4
	Resíduos no volátiles	S10
	Rotación óptica	R5
Espaguetis	Preparación	AC, AI
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Componentes sólidos del huevo (incluida la lecitina añadida)	C21
	Examen organoléptico (precocer durante 15 minutos)	E7
	Fibra bruta	F3
	Fósforo	F7
	Grasa	G6e
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Pérdida de cocción	P2
	Proteina	P13

Producto	*Determinación*	*Método*
	Sal	S3
	Sólidos solubles en agua	S9
Especias	Preparación como sean suministradas	(AA)
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Aspecto microscópico	M6c
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Componentes grasos	C20
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
Especias mezcladas	Preparación como sean suministradas	(AA)
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Aspecto microscópico	M6c
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	Fe
	Humedad	C33c
Extractos de carne	Preparación como sean suministrados	(AA)
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Creatinina	C35
	Examen organoléptico	E7
	Grasa	G6e
	Humedad	C33e
	Nitrógeno	N2
	Proteina	P13
	Sal	S3
Frutas azucaradas	Preparación	AI
	Acidez	A3b
	Azúcares reductores	C28a
	Benzoato sódico	B2
	Color, identificación del	C17
	Dióxido de azufre	D4
	Examen organoléptico	E7b
	Sacarosa	S2

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
PROTENTIOR EST SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

Producto	*Determinación*	*Método*
	Sólidos solubles	S6
Frutas blandas	Preparación	AD
	Acidez	A3a
	Color	C18
	Examen organoléptico	E7
	pH (solución al 50 por ciento)	P6
	Potasio	P10
	Sólidos solubles	C33e
	Tamaño de la fruta	T1
	Textura	T3c
Frutas congeladas	Preparación	AL
	Aceite mineral (por lavados de la muestra entera)	A1
	Acidez, expresada en ácido málico	A3a
	Acido ascórbico	A5
	Actividad enzimática	A9
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a
	Calcio	C3
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Componentes sólidos insolubles (usar una mezcla homogeneizada de fruta y almibar)	S5
	Componentes sólidos solubles (Tabla XVII)	S6
	Humedad	C33e
	Nitrógeno	N2
	Pectina	P1
	pH	P6
	Peso escurrido (dejar descongelar en el envase durante 3 horas)	P3
	Proteina	P13
	Textura	T3d, c
Frutas desecadas	Preparación	AKb
	Aceite mineral	A1
	Dióxido de azufre	D4
	Examen organoléptico	E7
	Humedad	C33c
	Peso neto (si es aplicable)	P5

Producto	*Determinación*	*Método*
Frutas duras	Preparación	AG ó AF
	Acidez	A3
	Antioxidantes	A17d
	Calcio	C3
	Examen organoléptico	E7
	pH (solución al 50 por ciento)	P6
	Potasio	P10
	Sólidos solubles	C33e
	Tamaño de la fruta	T1
	Textura	T3d
Frutas enlatadas	Preparación	AH
	Examen de la fracción sólida	
	Calcio	C3
	Contenido en azúcar	C27, S2
	Examen organoléptico	E7
	Humedad	C33e
	Sulfuros	S13
	Tamaño de la fruta (si es aplicable)	T1
	Textura	T2d, a
	Examen del almibar	
	Arsénico	A18
	Dióxido de azufre	D4
	Color, identificación del (si es aplicable)	C17
	Contenido en azúcar	C27, S2
	Densidad final del almibar	D3
	Examen organoléptico	E7b
	Peso específico	P3
	pH	P6
	Sólidos solubles	S6b
	Sólidos totales	C33c
	Medida del vacio	M4
	Patrón de llenado	—
	Peso escurrido	P3
	Peso neto	P5
	Proporción de diferentes frutas (si es aplicable)	—
	Tamaño de la fruta (si es aplicable)	T1
Gelatina	Preparación	como sea suministrada (AA)
	Arsénico	A18
	Aspecto de la solución (usar una solución al 6 2/3 por ciento)	—

Producto	*Determinación*	*Método*
	Ceniza	C7
	Cinc	C12
	Cobre	C13
	Color, medida del (usar una solución al 6 2/3 por ciento)	C18
	Curva de titulación	C38
	Dióxido de azufre	D4
	Humedad	C33c
	Plomo	P8
	Resistencia de los geles	R4
Harina de cebada	Preparación como sea suministrada	(AA)
	Acidez	A3e
	Almidón	A15
	Aminoácidos	A16
	Aspecto microscópico	M6
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Fibra bruta	F3
	Grasa	G6
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Proteina	P13
Harina de maíz	Preparación como sea administrada	(AA)
	Acidez	A3e ó b
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Examen microscópico	M6
	Fibra bruta	F3
	Fósforo	F7c
	Grasa	G6b
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Peso neto (si es aplicable)	P5
	Resistencia de la gelatina	R4
	Solubilidad	S11
Harina de reposteria	Preparación (excepto*) como sea suministrada	(AA)
	Carbohidratos (precipitar la proteina con hierro dializado)	S2
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Contenido en sólidos del huevo	C21
	Estructura del producto*	E4

Producto	*Determinación*	*Método*
	Examen organoléptico*	E7
	Fibra bruta	F3
	Grasa	G6
	Humedad	G33c y k
	Humedad relativa en equilibrio*	H3*
	Nitrógeno	N2
	Proteina	P13
	Textura*	T3e
Harina de soja	Preparación como sea suministrada (AA)	
	Acidez	A3b
	Aspecto microscópico	M6
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Fibra bruta	F3
	Grasa (aceite)	G6b
	Nitrógeno	N2
	Solubilidad	S11
Harina de trigo	Preparación como sea suministrada (AA)	
	Acidez	A3e
	Almidón	A15
	Aminoácidos	A16
	Calcio	C3
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Extensógrafo de Brabender	E8
	Farinógrafo de Brabender	F1
	Fibra bruta	F3
	Gliadina	G1
	Gluten (bruto)	G2
	Gluteina	G3
	Grasa	G6i
	Humedad	G33c
	Nitrógeno	N2
	Proteina	P13a ó b
	Relajación a la presión	R3
	Textura (de la masa)	T3b, R3
Helados	Preparación como sean suministrados (AA)	
	Acidez, expresada en ácido láctico	A3a
	Azúcares reductores, expresada en lactosa	C28a
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18

Producto	*Determinación*	*Método*
	Contenido en huevo	C21
	Examen organoléptico	E7
	Fósforo	F7
	Grasa	G6c
	Humedad	C33e
	Identificación de gomas	I1
	Nitrógeno	N2
	Proteína	P13
	Sacarosa (clarificar)	S2
Hierbabuena	Preparación	AA ó AJ
	Arsénico	A18
	Aspecto microscópico	M6c
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Humedad	C33c
Hierbas desecadas	Preparación como sean suministradas (AA ó AH)	
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Aspecto microscópico	M6c
	Cadmio	C1
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
	Plomo	P8
	Nivel de oxidación	N5c
Hinojo	Preparación como sea suministrado (AA)	
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Aspecto microscópico	M6
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c

Producto	*Determinación*	*Método*
Hojas de laurel	Preparación	AI
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Aspecto microscópico	M6
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
Huesos	Colágeno	C14
	Grasa	G6
	Hidroxiprolina	Hl
	Nitrógeno	N2
	Nitrógeno no proteico	N3
	Proteína	P13
Huevos en polvo	Preparación como sean administrados	(AA)
	Ceniza	C7
	Colesterol	C15
	Color, medida del	C18
	Contenido en huevo	C21
	Fósforo	F7c
	Grasa	G6b
	Nitrógeno	N2
	Nitrógeno soluble en agua	N4
	Proteína	P13
Huevos y productos derivados	Preparación	AA, AD
	Ceniza	C7
	Colesterol	C15
	Color, medida del	C18
	Contenido en huevo	C21
	Fósforo	F7c
	Grasa	G6b
	Humedad	C33a ó g
	Nitrógeno	N2
	Nitrógeno soluble en agua	N4
Jalea en tabletas	Preparación como sea suministrada	(AA)
	Acidez, expresada en ácido cítrico	A3a
	Azúcar invertido	S2
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a

Producto	*Determinación*	*Método*
	Ceniza	C7
	Color, examen del	C16
	Color, identificación del	C17
	Color, medida del	C18
	Examen organoléptico	E7
	Gelatina	C31a, N2
	Humedad	C33e ó g
	Nitrógeno	N2
	pH (sobre gelatina preparada)	P6
	Sacarosa (clarificar con ácido fosfotúngstico)	S2
	Sólidos solubles totales	I6, S6
	Nota: La gelatina tiene que hacerse de acuerdo con las instrucciones del envase, vertiendo cantidades de 85 ml en cada uno de seis vasos de precipitados de 100 ml de forma baja. Los vasos de precipitados se mantienen durante la noche (18 horas) en baño de agua fría y después de invertidos sobre una superficie, al menos 5 de las seis muestras preparadas deben mantener su estructura sin romperse.	
Jarabe de azúcar	Preparación	como sea suministrado (AA)
	Azúcares reductores, expresados como azúcar invertido	C28a
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Dióxido de azufre	D4
	Examen cromatográfico	C3
	Humedad	C33g
	pH	P6
	Rotación óptica (solución al 10 por ciento)	R5
	Sacarosa	S2
	Sólidos solubles	S6b
Jarabe de azúcar invertido	Preparación	como sea suministrado (AA)
	Azúcares reductores, expresados como azúcar invertido	C28a

Producto	*Determinación*	*Método*
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Examen cromatográfico	C3
	Humedad	C33g
	pH (solución al 2 por ciento)	P6
	Sacarosa	S2
Jarabe dorado	Preparación como sea suministrado	(AA)
	Azúcares reductores, expresados como azúcar invertido	C28a
	Ceniza	C7
	Dióxido de azufre	D4
	Examen cromatográfico	C3
	Humedad	C33g
	pH	P6
	Plomo	P8
	Sacarosa	S2
	Sólidos solubles	S6b
Jarabe de glucosa	Preparación como sea suministrado	(AA)
	Acidez	A3a
	Azúcares reductores, expresados en dextrosa	C28a
	Ceniza	C7
	Color, medida del (al 50 por ciento)	C18
	Composición en carbohidratos	C3
	Dextrosa	C4
	Dióxido de azufre	D4
	Equivalente en dextrosa	C28a
	Maltosa	C6
	Maltotriosa	C6
	Maltotetraosa	C6
	Nitrógeno	N2
	Peso específico	P4
	pH	P6
	Proteina	P13
	Sólidos totales	S20g
	Turbidez (en la muestra tal como se recibe)	—
Judias enlatadas	Preparación	AH
	Apariencia	—
	Examen organoléptico	E7
	Peso escurrido	P3
	Textura	T2a

Producto	*Determinación*	*Método*
	Líquido de escurrido	
	Arsénico	A18
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a
	Azúcares totales	S2, C27
	Cinc	C12
	Color, medida del	C18
	Humedad	C33e
	pH	P6
	Plomo	P8
	Potasio	P10
Leche	Preparación como sea suministrada	(AA)
	Acidez, expresada en ácido láctico	A3a
	Agua añadida	A12
	Ceniza	C7
	Grasa	G6f
	Lactosa (clarificar con ferrocianuro potásico y acetato de cinc)	C28a
	Nitrógeno	N2
	Peso específico (mediante lactómetro)	P4c
	Proteína	P13
	Sólidos totales (añadir dos gotas de solución etanólica de ácido acético al 10 por ciento)	S10
Leche condensada edulcorada	Preparación (usar una espátula para mezclar)	AB
	Acidez, expresada en ácido láctico	A3a
	Ceniza	C7
	Grasa	G6f
	Lactosa	C28a
	Nitrógeno	N2
	Proteina	P13
	Sacarosa (clarificar la solución)	S2
	Sólidos totales	C33e
Leche evaporada	Preparación como sea suministrada	(AA)
	Acidez, expresada en ácido láctico	A3a
	Ceniza	C7

Producto	*Determinación*	*Método*
	Examen organoléptico	E7
	Grasa	G6f
	Lactosa (clarificar)	C28a
	Nitrógeno	N2
	Proteina	P13
	Sólidos totales de la leche	C33e
Leche en polvo	Preparación como sea suministrada (AA)	
	Acidez	A3b
	Alcalinidad de la ceniza	A13
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Densidad	D2
	Examen organoléptico	E7
	Grasa	G6f
	Humedad	C33c
	Lactosa (clarificar)	C28a
	Nitrógeno	N2
	Proteina	P13
	Solubilidad	S11
Lecitina comercial	Preparación como sea suministrada (AA)	
	Examen cromatográfico	F6
	Fósforo	F7
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Sustancias insolubles en acetona	S14
	Sustancias solubles en acetona	S14
Legumbres en escabeche	Preparación como sean suministradas (AA)	
	Muestra entera	
	Examen organoléptico	E7
	Peso neto	P4
	Materia sólida, contenido en	M3
	Líquido	
	Acidez, expresada en ácido acético	A3a
	Acido acético	A4a
	Aspecto microscópico	M6
	Ceniza	C7
	Fibra bruta	F3
	Grasa (aceite)	G6a
	Nitrógeno	N2
	Sacarosa	S2
	Sal	S3
Levadura en polvo	Preparación Como sea suministrada (AA)	
	Almidón	A15b

Producto	*Determinación*	*Método*
	Arsénico	A18
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Crema tártara	C36
	Dióxido de azufre	D4
	Plomo	P8
Macarrones	Preparación	AI, AC
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Componentes sólidos de huevo	C21
	Examen organoléptico (cocer durante 15 minutos)	E7
	Fibra bruta	F3
	Fósforo	F7
	Grasa	G6e
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Pérdida/Ganancia de cocción	R2
	Pérdida de cocción	R2
	Proteina	P13
	Sal	S3c
	Sólidos solubles en agua	S9
Manteca de cerdo	Preparación como sea suministrada (AA)	
	Enranciamiento	E1
	Indice de refracción (a 40° C)	I6
	Indice de yodo	I4
	Humedad	C33c
Manteca de cacao	Preparación como sea suministrada (AA)	
	Acidos grasos libres	A7
	Composición en glicéridos	C23, G6a-b
	Examen organoléptico	E7
	Indice de acidez	A3
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de refracción (40° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Presencia de manteca de cacao extraida con solventes	P15
	Punto de fusión	P15
	Punto de fusión incipiente	P15
	Punto de ascenso	P15
Mantequilla	Preparación como sea suministrada (AA)	
	Azúcar	S2

Producto	*Determinación*	*Método*
	Capacidad de extrusión	C4
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Cuajada	C37
	Examen de los ácidos grasos	E5
	Examen microscópico	M6
	Examen organoléptico	E7b
	Grasa	por diferencia
	Grasa, examen	
	Acidos grasos libres	A7
	Indice de acidez	A3
	Indice de Kirschner	I7
	Indice de Polenske	I7
	Indice de refracción (40° C)	I6
	Indice de Reichert	I7
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Punto de ascenso	P15
	Punto de fusión	P15
	Punto de fusión incipiente	P15
	Humedad	C33i
	Plomo	P8
	Proteina de la cuajada (usar C37)	N2
	Sal	S3
Mayonesa ligera	Preparación	como sea suministrada (AA)
	Aceite	G6a
	Aceite, examen del	
	Acidos grasos libres	A7
	Antioxidantes	A17
	Enranciamiento	E1
	Indice de acidez	A3
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de refracción (20° C ó 40° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Color, medida del	C18
	Contenido en azúcar	C27
	Contenido en huevo (incluida la lecitina añadida)	C21
	Examen organoléptico	E7
	Fósforo	F7
	Humedad	C33e

Producto	*Determinación*	*Método*
	Nitrógeno	N2
	pH	P6
	Sal	S3
Melazas	Preparación como sean suministradas (AA)	
	Arsénico	A18
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a
	Ceniza	C7
	Ceniza tratada con ácido sulfúrico	C10
	Dióxido de azufre	D4
	Examen cromatográfico	C3
	Humedad	C33g
	pH	P6
	Plomo	P8
	Sacarosa	S2
	Sólidos solubles	S6
	Sólidos totales	S10
Mermeladas	Preparación como sean suministradas (AA)	
	Acidez, expresada en ácido cítrico	A3a
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a
	Ceniza	C7
	Color, identificación del	C17
	Color, medida del	C18
	Color, presencia de	C19
	Contenido en frutas	S5
	Dióxido de azufre	D4
	Examen microscópico	M6
	Examen organoléptico	E7b
	Fósforo	F7
	Pectina	P1
	Potasio	P10
	Sacarosa	S2
	Sólidos insolubles	S5
	Sólidos solubles	S6
Mermeladas (de naranjas amargas)	Preparación como sean suministradas (AA)	
	Acidez, expresada en ácido cítrico	A3a
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a
	Ceniza	C7
	Color, identificación del	C17

Producto	*Determinación*	*Método*
	Color, medida del	C18
	Color, presencia de	C19
	Contenido en frutas	S5
	Dióxido de azufre	D4
	Examen organoléptico	E7
	Materia sólida, contenido en	M3
	Pectina	P1
	Peso neto	P5
	Sacarosa	S2
	Sólidos insolubles	S5
	Sólidos solubles totales	S6
Miel	Preparación (usar una espátula para mezclar)	AB
	Acidez	A3a
	Alcalinidad de la ceniza	A13
	Azúcar invertido, presencia de	A19
	Azúcares reductores, expresados en dextrosa	C28a
	Ceniza	C7
	Ceniza soluble en agua	C9
	Color, medida del	C18
	Examen cromatográfico	C3
	Examen microscópico (insolubles en agua)	M6
	Examen organoléptico	E7
	Humedad	C33g
	Jarabe de glucosa, presencia de	M7
	Levulosa (fructosa)	L2
	Peso específico (15,5° C)	P4
	Rotación óptica (utilizar solución al 10 por ciento)	R5
	Sacarosa	S2
	Sólidos totales	100-C33g
	Nota: La proporción dextrosa: fructosa debe aproximarse a 1:1 o mayor de 1.	
Monoglicéridos	Preparación como sean suministrados	(AA)
	Acidos grasos libres	A7
	Examen de los ácidos grasos	E5
	Indice de acidez	A3
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Humedad	C33h
	Jabones	J1

Producto	*Determinación*	*Método*
Mostaza (polvo)	Preparación	como sea suministrada (AA)
	Aceites volátiles	A2
	Aspecto microscópico	M6c
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Extracto acuoso	G9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
Mostaza preparada	Preparación	como sea suministrada (AA)
	Aceite	G6a
	Acidez, expresada en ácido acético	A4a
	Acido acético	A4a
	Aspecto microscópico	M6
	Ceniza	C7
	Fibra bruta	F3
	Nitrógeno	N2
	Peso escurrido (usar un filtro fino)	P3
	Sacarosa	S2b ó d
	Sal	S3
Naranjadas	Preparación	AB
	Aceites volátiles	A2
	Acidez, expresada en ácido tartárico	A3
	Acido benzoico	A6
	Alcalinidad de la ceniza	A13
	Acido ascórbico	A5
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28
	Benzoato sódico	B2
	Ceniza	C7
	Color, identificación del	C17
	Color, medida del	C18
	Contenido en frutas	C32
	Dióxido de azufre	D4
	Examen organoléptico	E7
	Peso específico	P4
	pH	P6
	Sacarina	S1

Producto	*Determinación*	*Método*
	Sacarosa	S2
	Sodio	S4
	Sólidos totales	S10
Natillas en polvo	Preparación como sean suministradas (AA)	
	Ceniza	C7
	Color, examen del	C16
	Color, preparar la solución	C18
	Examen microscópico	M6c
	Examen organoléptico	E7
	Fibra bruta	F3
	Fósforo	F7c
	Grasa	G6b
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Peso neto (si es aplicable)	P5
	Solubilidad	S11
Nueces	Preparación	AI, AJ
	Aflatoxina	A11
	Grasa	G6b
	Humedad	C33c
	Nitrógeno (en muestra desengrasada)	N2
	Proteina	P13
Pan	Preparación (descortezar)	AE
	Ceniza	C7
	Extructura del producto	E4
	Extracto en agua fría	E9
	Fibra bruta	F3
	Grasa	G6e
	Humedad	C33k
	Lactosa	L1
	Nitrógeno	N2
	pH	P6
	Proteina	P13
	Sólidos de la leche	L1
	Textura	T3b
Pasta	Preparación	AI, AC
	Ceniza	C7
	Examen organoléptico (precocer durante 15 minutos)	E7
	Fibra bruta	F3
	Fósforo, lipoides	F7a
	Grasa	G6e

Producto	*Determinación*	*Método*
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Pérdida de cocción	P2
	Proteina	P13
	Sal	S3
	Sólidos de huevo (incluida la lecitina añadida)	C21
	Sólidos solubles en agua	S9
Pastas de pescado	Preparación	AA
	Almidón	A15
	Cadmio	C5
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Examen organoléptico	E7
	Grasa	G6a y h
	Humedad	C33e
	Mercurio	M5
	Nitrógeno	N2
	Plomo	P8
	Proteina	P13
	Sal	S3
Patatas	Preparación	AF
	Azúcar	C27
	Azufre	A20
	Calcio	C3
	Contaje de partículas oscuras	C25
	Grado de esterificación	P9
	Humedad	C33e
	Magnesio	M1
	Peso específico	P4b
	Poliuronida total	P9
	Potasio	P10
	Textura	T3a, c ó d
Patatas fritas crujientes	Preparación	AI
	Antioxidantes	A17
	Ceniza	C7
	Examen de la grasa	
	Acidos grasos libres	A7
	Indice de acidez	A3
	Indice de refracción (40° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Examen organoléptico	E7

Producto	*Determinación*	*Método*
	Grasa	G6c
	Humedad	C33c
	Sal	S3
Pescado	Aceite	G6a
	Acidos grasos libres	A7
	Enranciamiento	E1
	Indice de acidez	A3
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de saponificación	I8
	Bases volátiles totales	B1
	Aspecto visual	--
	Cadmio	C1
	Ceniza	C7
	Grasa	G6h
	Humedad	C33e
	Mercurio	M5
	Nitrógeno	N2
	Olor	--
	Plomo	P8
	Preparación	AKb
	Proteina	P13
	Textura	T3e
Pescado enlatado	Aceite	G6a
	Acidos grasos libres	A7
	Enranciamiento	E1
	Indice de acidez	A3
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de saponificación	I8
	Aspecto visual	--
	Cadmio	C1
	Ceniza	C7
	Grasa	G6a y h
	Humedad	C33e
	Mercurio	M5
	Nitrógeno	N2
	Olor	--
	Peso escurrido	P3
	Peso neto	P5
	Plomo	P8
	Preparación para la materia seca	AH, AKb
	Proteina	P13
	Textura	T3e
Pimienta	Preparación	como sea suministrada (AA)

Producto	*Determinación*	*Método*
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Aspecto microscópico	M6c
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
Pimienta	Preparación como sea suministrada (AA ó AI)	
húngara	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Aspecto microscópico	M6c
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
Pimiento	Preparación como sea suministrado (AA ó AI)	
	Aceites volátiles	A2
	Arsénico	A18
	Aspecto microscópico	M6
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
Postre de	Preparación como sea suministrado (AA)	
gelatina	Acidez, expresada en ácido cítrico	A3a
	Acido fumárico	A8
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a
	Ceniza	C7
	Color, examen del	C16
	Color, identificación del	C17
	Color, medida del	C18
	Examen organoléptico (preparar la gelatina)	E7

Producto	*Determinación*	*Método*
	Gelatina	C31a, N2
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	pH (preparar la gelatina)	P6
	Sacarosa	S2
Productos cárnicos	Preparación	AH ó AKb
	Almidón	A15b ó c
	Ceniza	C7
	Contenido cárnico escurrido (si es aplicable)	C30, P5
	Contenido cárnico	C29b
	Decoloración	D1
	Dióxido de azufre	D4
	Examen de la grasa	
	Acidos grasos libres	A7
	Composición en glicéridos	C23, E5a-b
	Indice de acidez	A3
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de refracción (40° C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Punto de ascenso	P15
	Punto de fusión	P15
	Punto de fusión incipiente	P15
	Examen organoléptico	E7
	Gelatina	C31b
	Grasa	G6a
	Humedad	C33e
	Nitrógeno	N2
	Peso neto (si es aplicable)	P5
	pH	P6
	Peso de la fracción cárnica escurrida (si es aplicable)	C30, S5
	Relación nitrito-nitrato	R1
	Sal	S3c
	Textura	T3e
Productos elaborados con pescado ("Fish Cakes")	Preparación	AKa
	Acidez	A3a
	Carbohidratos	C34
	Ceniza	C7
	Condimentos	C34
	Contenido en pescado	C34
	Examen organoléptico	E7

Producto	*Determinación*	*Método*
	Humedad	C33e
	Mercurio	M5
	Nitrógeno	N2
	Proteina de patata	P13
	Sal	S3
Productos de reposteria	Preparación (en condiciones secas)	AC, ó AA
	Azúcares (clarificados con hierro dializado)	S2
	Carbohidratos	por diferencia
	Ceniza	C7
	Examen organoléptico	E7
	Grasa	G6b
	Humedad	C33c
	Nitrógeno	N2
	Peso neto (si es aplicable)	P5
	Proteina	P13
Pudín de leche	Preparación	AA, AH, AD
	Carbohidratos	S7a
	Ceniza	C7
	Examen organoléptico	E7
	Grasa	G6f
	Lactosa (clarificar con ferrocianuro potásico y acetato de cinc)	C28a
	Leche añadida	S7a
	Nitrógeno	N2
	Proteína	P13
	Sacarosa	S2
	Sólidos de la leche	S7a
	Sólidos totales	S10e
Puré de tomate	Preparación	como sea suministrado (AA)
	Acidez, expresada en ácido acético	A3e
	Arsénico	A18
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a
	Ceniza	C7
	Ceniza tratada con ácido sulfúrico	C10
	Cobre	C13
	Color, medida del	C18
	Contenido en azúcar	C27
	Humedad	C33e

Producto	*Determinación*	*Método*
	pH	P6
	Plomo	P8
	Potasio	P10
	Sal	S3
	Sólidos insolubles	S5
	Sólidos totales	S10
	Nota: Se ha señalado (*Analyst*, 1948, *73*, 449) que el valor medio del K_2O en los sólidos del tomate es de 4,79.	
Queso	Preparación	AJ
	Acidez	A3a
	Ceniza	C7
	Grasa	G6f
	Grasa, examen de	
	Acidos grasos libres	A7
	Indice de acidez	A3
	Indice de Kirschner	I7
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de Polenske	I7
	Indice de Reichert	I7
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Humedad	C33g
	Nitrógeno	N2
	Plomo	P8
	Proteína (nitrógeno x 6,38)	P13
	Textura	T3b
Remolacha guisada	Preparación	AF, AG
	Humedad	C33e
	Pigmento	P7
	Textura	T3c (ii)
Sal	Preparación	como sea suministrada (AA)
	Ceniza	C7
	Humedad	C33c
	Iodo	I9
Salmueras	Preparación	como sean suministradas (AA)
	Azúcares	S2
	Peso específico	P4c
	Sal	S3b
Salsa	Preparación	como sea suministrada (AA)
	Acidez, expresada en ácido acético	A3a ó b

Producto	*Determinación*	*Método*
	Acidez volátil, expresada en ácido acético	A4a
	Ceniza	C7
	Color, identificación del	I17
	Color, medida del	I18
	Conservadores	C24
	Contenido en azúcar	C27
	Examen organoléptico	E7b
	Humedad	C33e
	Peso neto	P5
	Sal	S3c
Salsa de menta	Preparación como sea suministrada (AA)	
	Peso del contenido sólido	S5
	Sobre el líquido	
	Acidez, expresada en ácido acético	A4a
	Acidos volátiles, expresados en ácido acético	A4a
	Acidos no volátiles, expresados en ácido acético	A4a
	Alcalinidad de la ceniza	A13
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido (después de la inversión completa proceder como en S2)	C28a
	Ceniza	C7
	Color, medida del	C18
	Nitrógeno	N2
	pH	P6
	Sólidos solubles totales	S6
	Sólidos totales	S10
	Sobre la materia sólida después de una desecación ligera	
	Arsénico	A18
	Aspecto microscópico	M6c
	Ceniza	C7
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
Salsa de rábano picante	Preparación como sea suministrada (AA)	
	Examen microscópico	M6
	Examen organoléptico	E7b
	Examen del líquido separado	
	Acidez, expresado en ácido acético	A3a

Producto	*Determinación*	*Método*
	Acidez volátil, expresada en ácido acético	A4a
	Ceniza	C7
	Humedad	C33e
	Nitrógeno	N2
	Sacarosa	S2
	Sal	S3d
	Materia sólida, contenido en	M3
	Peso neto	P5
Salvia	Preparación como sea suministrada (AA)	
	Arsénico	A18
	Aspecto microscópico	M6
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Extracto acuoso	E9
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
"Sandwich Spread"	Preparación como sea suministrado (AA)	
	Examen del contenido completo	
	Examen organoléptico	E7
	Materia sólida, contenido en	M3
	Peso neto	P4
	Examen de la fracción líquida	
	Aceite	G6e
	Aceite, examen del (utilizar extracto etéreo sin adición de ácido)	
	Acidos grasos libres	A7
	Antioxidantes	A17
	Enranciamiento	E1
	Indice de acidez	A3
	Indice de peróxidos	I5
	Indice de refracción (20^{o} o 40^{o} C)	I6
	Indice de saponificación	I8
	Indice de yodo	I4
	Color, medida del	C18
	Contenido en huevo (incluida la lecitina añadida)	C21
	Humedad	C33i
	Nitrógeno	N2
	Azúcar	C27

Producto	*Determinación*	*Método*
	Examen organoléptico	E7b
	Fósforo	F7b
	pH	P6
	Sal	S3
Sebo	Preparación	como sea suministrado (AA)
	Antioxidantes	A17
	Grasa (por diferencia)	—
	Humedad	C33c
	Material de relleno añadido	M2
Sopas	Preparación	AB
	Sobre la muestra completa	
	Examen organoléptico	E7
	Materia sólida, contenido en	M3
	Peso neto	P5
	Sobre la fracción líquida	
	Acidez, expresada en ácido málico	A3a
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Cloruro sódico	S3
	Color, identificación del	C17
	Color medida del	C18
	Creatinina	C35
	Examen organoléptico	E7
	Grasa	G6e
	pH	P6
	Sólidos totales	S10
	Sobre la fracción sólida	
	Ceniza	C7
	Grasa	G6d
	Nitrógeno	N2
	Proteina	P13
	Nota: Separar la carne o pasta del resto de las sustancias sólidas recogidas durante la determinación del "peso en productos sólidos" y pesar por separado	
Sopa desecada	Preparación	AC
	Acidez	A3
	Arsénico	A18
	Ceniza	C7

Producto	*Determinación*	*Método*
	Cloruro sódico	S3
	Color, identificación del	C17
	Color, medida del (preparar la sopa)	C18
	Dióxido de azufre	D4
	Examen microscópico (preparar la sopa)	M6
	Grasa	G6a o h
	Humedad	C33c
	pH (preparar la sopa)	P6
	Plomo	P10
Té	Preparación como sea suministrado	(AA)
	Alcalinidad de la ceniza	A13
	Arsénico	A18
	Cafeina	C2a ó b
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Ceniza soluble en agua	C9
	Color, presente o añadido	C19b
	Examen organoléptico	E7
	Extracto acuoso	E9
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
	Impurezas en ceras	I3
	Nitrógeno	N2
	Plomo	P8
	Tanino	T2
Té instantáneo	Preparación como sea suministrado	(AA)
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28
	Cafeina	C2a ó b
	Ceniza	C7
	Examen organoléptico	E7
	Humedad	C33a
	Tanino	T2
Tomillo desecado	Preparación como sea suministrado	(AA)
	Aceites volátiles	A2
	Aspecto microscópico	M6c
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Extracto acuoso	E9

Producto	*Determinación*	*Método*
	Extracto alcohólico	E10
	Extracto etéreo	E11
	Fibra bruta	F3
	Humedad	C33c
Vainilla	Preparación	AI ó AA
	Pureza	E12
Verduras congeladas	Preparación	AL
	Aceite mineral (a partir de la muestra entera mediante lavados)	A1
	Acidez, expresada en ácido málico	A3a
	Acido ascórbico	A5
	Actividad enzimática	A9
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a
	Azufre	A20
	Cadmio	C1
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Humedad	C33e
	Nitrógeno	N2
	Pectina	P1
	Peso escurrido (descongelar en el envase durante 3 horas)	P3
	pH	P6
	Plomo	P8
	Proteína	P13
	Sólidos insolubles (mezclar sólidos y líquidos)	S5
	Sólidos solubles	S6b
	Textura	T3d
Verduras deshidratadas	Preparación	AI
	Azufre	A20
	Benzoato sódico	B2
	Cadmio	C1
	Color, medida del (reconstituir)	C18
	Contaje de partículas oscuras	C25
	Dióxido de azufre	D4
	Examen organoléptico (reconstituir)	E7
	Humedad	C33c

Producto	*Determinación*	*Método*
	Peso neto (si es aplicable)	P5
	Plomo	P8
	Sodio	S4
	Textura (reconstituir)	T3a
Verduras enlatadas	Preparación	AH
	Densidad del jarabe	P3
	Examen organoléptico	E7
	Patrón de relleno	—
	Peso escurrido	P3
	Peso neto	P5
	Proporción de las diferentes verduras (si es aplicable)	—
	Tamaño de las verduras	T1
	Vacio	M4
	Análisis del líquido	
	Color, identificación del	C17
	Color, medida del	C18
	pH	P6
	Sacarosa	S2
	Sal	S3e
	Sólidos totales	S10
	Análisis del producto sólido	
	Preparación	
	Cadmio	C1
	Contenido en azúcar	C27
	Examen organoléptico	E7
	Humedad	C33e
	Plomo	P8
	Sólidos totales	C33e
	Tamaño de las verduras (si es aplicable)	T1
	Textura	T3a
Vinagre	Preparación	como sea suministrado (AA)
	Acidez, expresada en ácido acético	A3b
	Acidos no volátiles, expresados en ácido acético	A3b
	Acidos volátiles, expresados en ácido acético	A4b
	Alcalinidad de la ceniza	A13
	Ceniza soluble en agua	C9
	Color, medida del	C18
	Fósforo	F7

Producto	*Determinación*	*Método*
	Nitrógeno	N2
	pH (utilizar solución al 2 por ciento)	P6
	Sólidos totales	S10
Zumos de frutas	Preparación	AB
	Aceites volátiles	A2
	Acidez, expresada en ácido cítrico	A3a ó c
	Acido ascórbico	A5
	Alcalinidad de la ceniza	A13
	Azúcares reductores, expresados en azúcar invertido	C28a ó b
	Benzoato sódico	B2
	Ceniza	C7
	Ceniza insoluble en ácido	C8
	Color, medida del	C18
	Dióxido de azufre	D4
	Examen organoléptico	E7b
	Peso específico	P4
	pH	P6
	Plomo	P8
	Quinina	Q1
	Sacarina	S1
	Sacarosa	S2
	Sodio	S4
	Sólidos totales	S10

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
OMNIUM SCIENTIARUM SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

SECCION II

Métodos de análisis de los alimentos

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
OMNIUM POTENTIOR EST SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

Metodos preparativos

Clave del método	*Tipo de producto*	*Método*
AA	En polvo	usar como muestra después de mezclar.
AB	Líquido	mezclar perfectamente y analizar.
AC	Alimentos duros	hacerlo pasar por un molinillo de martillo hasta pulverizar a un fino tamaño de partícula.
AD	Líquido	mezclar en una batidora.
AE	Bajo contenido graso	1. desecar en aire a 50° C al menos durante 12 horas. 2. pesar antes y después de la desecación y corregir la pérdida de humedad en subsiguientes pesadas. 3. triturar en un molinillo de martillo. 4. mezclar perfectamente.
AF	Verduras. Frutas	1. clasificar y rechazar las unidades anormales o alteradas. 2. pelar. 3. cortar rodajas de 3 mm de espesor. 4. desecar en aire a 50° C al menos durante 12 horas. 5. pesar antes y después de la desecación y corregir la pérdida de humedad en subsiguientes pesadas. 6. picar a un pequeño tamaño de partícula.
AG	Verduras. Frutas	1. pelar abundante muestra, retirar la parte carnosa y cortar porciones pequeñas. 2. pesar unos 250 g de muestra que se aproxime a una unidad completa y transferirla a una batidora. 3. añadir con bureta el mismo peso de agua. 4. batir. 5. transferir a un recipiente de muestra. 6. corregir las pesadas posteriores teniendo en cuenta el agua añadida.
AH	Productos enlatados	1. pesar el bote y el contenido. 2. retirar la tapadera y vaciar el contenido en un tamiz previamente pesado, dejando escurrir el líquido en un recipiente tarado.

Clave del método	*Tipo de producto*	*Método*
		3. dejar en reposo durante 30 minutos. 4. volver a pesar el bote, el tamiz y el recipiente con el líquido escurrido (ver el método "peso escurrido"). 5. realizar las determinaciones en el líquido escurrido y retirar las sustancias sólidas del tamiz y de la pulpa bien con la mano o en una batidora. 6. realizar las determinaciones en la pulpa.
AI	Alimentos sólidos	1. retirar la muestra completa de su envase y colocarla en una picadora. 2. picar o pulverizar a pequeño tamaño. 3. transferir la muestra a un recipiente de muestra.
AJ	Alimentos ricos en grasa	1. transferir la muestra a un azulejo frío. 2. cortarla en porciones pequeñas con un cuchillo bien afilado. 3. transferir la muestra a un contenedor.
AK	Alimentos ricos en grasa	1. retirar la película superficial. 2a. si se encuentra en forma dispersa transferir a un recipiente utilizando una espátula y mezclar perfectamente. ó 2b. pasar por una picadora (dotada con matriz de orificios amplios) antes de transferir al recipiente de muestra.
AL	Alimentos congelados	1. pesar la muestra completa con la envoltura (s). 2. retirar el material envolvente y transferir los contenidos a un tamiz previamente pesado. 3. pesar el material envolvente y calcular el peso neto. 4. dejar la muestra en reposo sobre el tamiz durante 3 horas exactas. 5. recoger el líquido escurrido en un recipiente tarado y después, pesar y calcular el "líquido escurrido". 6. mezclar o picar el material retenido en el tamiz a pequeño tamaño de acuerdo con los métodos preparativos AF, AG ó AH.

ACEITE MINERAL A1

1. Pesar 20 g de sustancia en un cartucho de extracción de Soxhlet. Colocar el cartucho con su contenido en la cámara de extracción del aparato de Soxhlet.
2. Conectar la cámara de extracción a un matraz previamente desecado y pesado al condensador correspondiente.
3. Extraer a reflujo durante cinco horas usando tetracloruro de carbono como solvente.
4. Destilar el tetracloruro de carbono.
5. Desecar la fracción insaponificable que permanece en el matraz colocándolo en estufa a 105° C durante cuatro horas.
6. Pesar y calcular el contenido en aceite mineral.

Nota: Debe comprobarse que el residuo es fracción insaponificable.

ACEITES VOLATILES A2

1. Tomar 100 ml de muestra líquida o 10 g de muestra sólida. Colocarlos en matraz de fondo plano de 500 ml. Añadir 200 ó 300 ml de agua destilada respectivamente y agitar con rotación para mezclar. Añadir perlas de vidrio y unas gotas de silicona antiespuma.
2. Montar el aparato de determinación de aceites volátiles que se muestra en la Figura 1.
3. Calentar suavemente agitando por rotación.
4. Hervir durante dos horas.

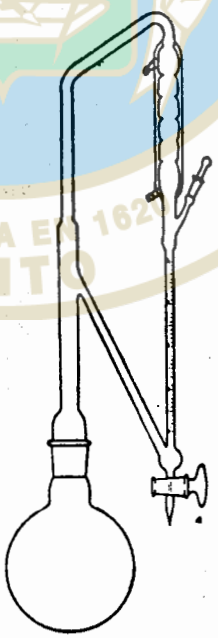


Fig. 1. Aparato para la determinación de aceites esenciales que suministra Baird and Tatlock (London) Ltd.

5. Verter cuidadosamente parte del agua de la capa inferior para que el aceite destilado penetre en la escala graduada.
6. Leer el volumen de aceites esenciales.

Notas: 1. Porcentaje de aceites volátiles = $\frac{\text{título x f x 100}}{\text{peso de la muestra}}$

2. Referencia del método: Cocking and Middleton, *J. Pharm. Pharmacol.*, *8*, 435-42.
3. f = densidad del aceite esencial.

ACIDEZ A3a-e

(a)

1. Pesar una cantidad de muestra suficiente para que la titulación sea satisfactoria (que consuma al menos varios ml de sosa cáustica). La cantidad puede oscilar entre 10 y 50 g.
2. Añadir 50 ml de agua destilada o, si la muestra es insoluble en agua, 50 ml de alcohol neutralizado.
3. Titular con hidróxido sódico 0,1 M usando fenoltaleina como indicador.
4. Cuando se aproxime al punto final añadir la solución cáustica gota a gota cerciorándose de que el color final no desaparece.

(b)

1. Proceder como en (a) pero hervir la solución durante cinco minutos y después enfriar antes de titular con sosa cáustica.

(c)

1. Si las muestras son de color oscuro proceder como en (a) pero seguir la neutralización midiendo los cambios del pH como se describe en (e).

(d)

1. Pesar 10,0 g de muestra y añadir 50,0 ml de hidróxido sódico 0,5 M. Agitar.
2. Añadir 50 ml de agua destilada caliente. Agitar.
3. Después de enfriar hacer una retrotitulación con ácido clorhídrico 0,5 M usando fenoltaleina como indicador o, en el caso de muestras oscuras, siguiendo el cambio de pH.

Notas: 1. El procedimiento para medir el pH se describe en la sección correspondiente.

2. Los factores de los ácidos se indican en la Tabla I.
3. En el caso de mermeladas expresar la acidez de la forma siguiente:

Frutas	como ácido cítrico
Uvas	como ácido tartárico
Melocotones, albaricoques, ciruelas	como ácido málico

Tabla 1

Factores de diversos acidos para soluciones 0,1 M.

Acido acético	=	0,006005 g ml^{-1}
Acido cítrico	=	0,007009 g ml^{-1}
Acido láctico	=	0,009008 g ml^{-1}
Acido málico	=	0,0067 g ml^{-1}
Acido oléico	=	0,028245 g ml^{-1}
Acido tartárico	=	0,007504 g ml^{-1}

(e)

1. Introducir la muestra en un erlenmeyer de boca ancha que contenga 100 ml de agua destilada hirviendo.
2. Colocar un tapón de corcho y agitar intermitentemente durante más de diez minutos.
3. Determinar la acidez utilizando la técnica de medida del pH que se describe en los pasos siguientes.
4. Retirar el tapón de corcho e insertar un tapón de goma provisto (*a*) un electrodo de vidrio (*b*) un electrodo de calomelano, (*c*) un tubo de entrada del nitrógeno, (*d*) el pico de una bureta y (*e*) un tubo corto de salida que permita el escape del nitrógeno (antes de acoplar los electrodos del pH-metro deben normalizarse con soluciones tampones, como se describe en P4).
5. Comenzar a burbujear nitrógeno en la solución problema no sólo para desprender el dióxido de carbono presente sino también para agitar la solución.
6. Medir el pH y añadir pequeñas cantidades, a intervalos, de solución de hidróxido sódico 0,02 M, registrando el pH dos minutos después de cada adición.
7. Continuar la adición de hidróxido sódico hasta alcanzar un valor pH de 9,0.
8. Desconectar el flujo de nitrógeno, retirar y lavar los electrodos, y comprobar el pH-metro con soluciones tampones conocidas.
9. Construir una gráfica semilogarítmica relacionando el pH de la solución frente al volumen de álcali añadido.
10. Determinar el punto de equivalencia sobre la gráfica semilogarítmi-

ca, i. e. el punto del eje del volumen en el que la velocidad de cambio de pH es máxima.

Notas:
1. Cuando por determinaciones previas se conozca el punto de equivalencia aproximado debe repetirse la prueba usando un margen más estrecho de pH.
2. Ajustar la adición de la solución titulante para obtener cambios de pH de 0,2 a 0,3 unidades.
3. También puede hacerse una gráfica diferencial en la cual la escala vertical (eje de ordenadas) indique el grado de cambio de pH por unidad de volumen de la solución titulante (e. g. 0,5 ml) frente al volumen de dicha solución - el punto de equivalencia está indicado normalmente por un pico puntiagudo.

ACIDO ACETICO A4a-b

(a)

1. Pesar 50 g de muestra en un matraz de 500 ml de capacidad provisto de dos tubuladuras laterales y añadir 200 ml de solución de cloruro sódico al 20 por ciento. Tapar.
2. Hacer una marca en el frasco que indique el nivel del líquido.
3. Conectar una tubuladura lateral del matraz a un generador de vapor y la otra a un condensador. El extremo del tubo de entrada de vapor tiene que estar sumergido en la solución salina.
4. Hacer pasar vapor a través de la solución caliente y recoger el destilado en un erlenmeyer.
5. No permitir que el nivel de la solución descienda de la marca hecha en el matraz.
6. Titular el destilado con hidróxido sódico usando fenoltaleina como indicador. Calcular el contenido en ácido expresándolo como ácido acético.

(b)

1. Tomar 25,0 ml de la solución acídica, diluir con 50 ml de agua destilada, y titular frente a NaOH 0,1 M usando fenoltaleina como indicador.
2. Tomar otros 25,0 ml de solución problema y colocarlos en una cápsula de evaporación de porcelana blanca.
3. Evaporar sobre baño maria hasta que el volumen sea pequeño.
4. Añadir 25,0 ml de agua destilada y repetir la evaporación. Repetir la adición de agua y evaporar nuevamente.
5. Añadir 25,0 ml de agua destilada y titular frente a hidróxido sódico 0,1 M usando fenoltaleina como indicador.
6. La diferencia entre los dos títulos se debe a los ácidos volátiles y debe calcularse como ácido acético.

Nota: 1 ml de hidróxido sódico 0,1 M = 0,006005 g de ácido acético.

ACIDO ASCORBICO A5a-b

(a)

1. Tomar 10,0 ml de muestra ó 10,0 ml de una solución de la muestra al 10 por ciento y diluir a 100,0 ml en matraz volumétrico con solución de ácido oxálico al 0,4 por ciento.
2. Filtrar la solución a través de papel de filtro Whatman número 4.
3. Pipetar 10 ml de la solución filtrada a un erlenmeyer y añadir 15 ml de solución de ácido oxálico al 0,4 por ciento.
4. Titular, usando microbureta, con solución acuosa de indofenol al 0,04 por ciento.
5. La solución de indofenol puede prepararse pesando 0,100 g de diclorofenolindofenol sódico y añadiendo 10 ml de agua. La solución debe transferirse a través de un filtro a un matraz volumétrico de 250 ml. El residuo debe lavarse perfectamente y la solución y líquido de lavado se diluye a 250,0 ml. Esta solución debe prepararse antes del uso y almacenarse en sitio fresco. Se estandariza de la forma siguiente: a 10,0 ml de la solución colorante se añaden 5 ml de solución de yoduro potásico al 50 por ciento aproximadamente y 10 ml de ácido clorhídrico 1 M. Después de dejar reposar durante dos minutos, la solución se titula con solución de tiosulfato sódico 0,01 M usando almidón como indicador.

   El peso equivalente de ácido ascórbico es el siguiente:

$$\text{mg de ácido ascórbico/ml colorante} = \frac{t \times N \times 88 \times 100}{1000 \times dt}$$

   t = título
   dt = ml de la solución de colorante
   N = normalidad del tiosulfato sódico

6. La titulación termina cuando aparece por primera vez un tono rosa y debe realizarse en menos de un minuto y sin consumir más de 1,5 ml.

Nota: El peso del ácido ascórbico se calcula de la forma siguiente:

$$\text{mg de ácido ascórbico/100 ml} = \frac{f \times t \times 100 \times 100}{\text{volumen tomado} \times \text{volumen de solución filtrada}}$$

f = factor del colorante
t = cantidad de solución colorante requerida en la titulación

(b)

1. Colocar en un matraz de plástico de 200 ml una cantidad de muestra suficiente que contenga alrededor de 10 mg de ácido ascórbico.
2. Añadir 100 ml de una solución metanólica de ácido metafosfórico (preparado disolviendo 40 g de ácido metafosfórico en 160 ml de ácido acético y 800 ml de metanol y a continuación diluir a 2 litros con agua destilada).
3. Agitar vigorosamente en un agitador automático durante quince minutos y seguidamente dejar en reposo durante un minuto.
4. Filtrar la mezcla a través de lana de vidrio en un pesasustancia y diluir con solución tampón.
5. Transferir a la cámara de diálisis de un Auto-Analizador Technicon y añadir una cantidad fija de solución colorante de indofenol (preparada diluyendo 75 mg de 2:6 dicloro indofenol con 100 ml de acetona y 3 ml de Tween 80 antes de enrasar a 2 litros con agua destilada).
6. Medir el descenso en la absorbancia a 520 nm y comparar frente a los resultados obtenidos con diferentes concentraciones de ácido ascórbico preparadas a partir de una solución patrón de 200 mg de componente puro en 1 litro de agua destilada.

Notas:

1. Método de D. C. Egberg, *et al.*, 1973, *J. Sci. Fd Agric.*, *24*, 789-94.
2. La interferencia del color debe ser mínima a 520 nm; si se sospecha que el color de la solución afecta a los resultados deberá usarse un blanco en una célula de flujo contínuo.
3. Los lavados deben ser de naturaleza metanólica preparado por mezcla de 80 ml de ácido acético glacial y 400 ml de metanol y diluida a 1 litro.

ACIDO BENZOICO A6a-b

(a)

1. Transferir 10 g de muestra a un embudo de separación y añadir 200 ml de solución de cloruro sódico a saturación.
2. Acidificar, usando tornasol como indicador, con ácido clorhídrico concentrado p. a.
3. Extraer con 70 ml, 50 ml, 40 ml y, finalmente 30 ml de éter dietílico. En esta fase puede ser necesario centrifugar para romper la emulsión.
4. Lavar los extractos etéreos combinados con 50, 40 y 30 ml de agua destilada conteniendo tres gotas de ácido clorhídrico concentrado.

5. Diluir el extracto etéreo a 200,0 ml
6. Medir la absorbancia con espectrofotómetro a tres puntos determinados de la siguiente manera:

   Medir la absorbancia entre 265-280 nm con espectrofotómetro provisto de registrador, de una solución de 50 mg de ácido benzoico disuelto en un litro de éter. Registrar la longitud de onda del primer mínimo de la curva (punto A), del máximo (B) y el punto mínimo final (C). Obtener curvas similares con soluciones que contienen 20, 40, 60, 80, 100 y 120 mg de ácido benzoico puro/litro.
7. Representar la diferencia entre B y la media aritmética de A y C frente a la concentración.
8. La cantidad de ácido benzoico puede calcularse por referencia a la curva patrón.

Notas:
1. En un aparato correctamente ajustado las lecturas de la absorbancia se efectúan a 267,5, 272 y 276,5 nm para A, B y C respectivamente.
2. La concentración de ácido benzoico multiplicada por 1,18 da la cifra equivalente de benzoato sódico.

(b)

1. Añadir a 50 ml de muestra 25 ml de una solución tampón de pH 4,0.
2. Añadir 25 ml de éter dietílico, agitar, dejar que se separen y despreciar la capa de éter dietílico.
3. Repetir la extracción de éter dietílico con otras dos cantidades de 25 ml del disolvente.
4. Combinar los extractos dietílicos y lavar con 5 ml de la solución tampón. Combinar esta solución acuosa de lavado con la solución de la muestra.
5. Evaporar cuidadosamente el éter en baño maria. La solución debe retirarse del baño cuando se haya reducido a un volumen inferior a 5 ml y el solvente restante se evapora utilizando corrientes de aire.
6. Disolver el residuo en 5 ml de solución acuosa de acetona al 50 por ciento y titular con hidróxido sódico 0,05 M usando fenol rojo como indicador.
7. Calcular el contenido en ácido benzoico teniendo en cuenta que cada ml de NaOH 0,05 M utilizado equivale a 0,0061 g de ácido benzoico.

ACIDOS GRASOS LIBRES A7

1. Pesar 10 g de muestra fundida.
2. Disolver la muestra en 100 ml de etanol neutralizado caliente.

3. Titular la muestra usando solución de hidróxido sódico 0,01 ó 0,1 M y fenoltaleina como indicador. Agitar vigorosamente durante la titulación manteniendo la solución caliente.
4. Calcular la cantidad de ácidos grasos libres expresandola en ácido oléico.

Notas: 1. El alcohol neutralizado se prepara hirviendo 50 ml de etanol, añadiendo unas gotas de fenoltaleina y titulando frente a hidróxido sódico 0,01 M.

2. Indice de acidez = $\frac{0{,}561 \times \text{título (0,01 M)}}{\text{peso de la muestra en g}}$

Los factores de los ácidos (0,01 M de álcali) son:

ácido láurico	0,00200
ácido palmítico	0,00256
ácido oléico	0,00282

ACIDO FUMARICO A8

1. Preparar en un polarógrafo una curva patrón utilizando diferentes concentraciones de ácido fumárico y corriente de difusión (corregida de corriente residual) a temperatura y tiempos de vertido conocidos.
2. Hacer burbujear nitrógeno a través de las soluciones patrón y de la muestra para expulsar el oxígeno y añadir 2 gotas de azul de bromocresol.
3. Colocar el extremo del electrodo de mercurio (cátodo) en la solución de la muestra y ajustar la velocidad de vertido a 20 por minuto.
4. Insertar un electrodo de calomelano (ánodo).
5. Aplicar un incremento en el voltaje negativo desde cero y anotar el punto en el cual el voltaje desciende indicando que la muestra se ha reducido.
6. Representar graficamente corriente frente al voltaje aplicado.

Notas: 1. Las condiciones para el ácido fumárico son un soporte de cloruro amónico, reducción - 1,65 V y un "pool" de mercurio.
2. Referencia del método, 1966, *J. A. O. A. C., 49,* 701-2.

ACTIVIDAD ENZIMATICA A9

1. Tomar muestras de aquellas partes del producto que se sospecha no han recibido el tratamiento térmico completo.

2. Colocar las muestras en una cápsula de porcelana blanca y extender sobre ellas una solución recién preparada de guayacol al 1 por ciento (1 g de guayacol en etanol al 50 por ciento). Inmediatamente extender una solución de peróxido de hidrógeno al 1 por ciento sobre la superficie del corte.
3. La aparición de una coloración pardo-rojiza sobre la superficie, antes de transcurrir tres minutos, indica un bajo grado de blanqueamiento. Los colores que puedan aparecer subsiguientemente no deben ser tenidos en consideración.

Notas:
1. Método ideado por Joslyn, M. A., *J. A. O. A. C.*, 1953, *36*, 161-78.
2. Apropiado para verduras congeladas.

ACTIVIDAD PEROXIDASA A10

1. Preparar una solución acuosa de guayacol al 1 por ciento y una solución de peróxido de hidrógeno de 5 volúmenes. Mezclar volúmenes iguales.
2. A 50 g de muestra añadir 20 ml de la solución mixta. Agitar perfectamente.
3. Verter la mezcla en cápsula de porcelana blanca y observar la aparición de una coloración roja.
4. Si no aparece color rojo en menos de un minuto no existe actividad peroxidasa significativa.

AFLATOXINA A11

Extracción

1. Extraer de modo contínuo, durante cuatro horas, una muestra de 20 g de cacahuete en el aparato de Soxhlet usando metanol p. a.
2. Evaporar el metanol hasta dejar 50 ml y transferir, con ayuda de 25 ml de agua, a un embudo de separación.
3. Lavar el matraz con 25 ml de cloroformo y añadir el líquido de lavado al embudo de separación.
4. Agitar, dejar reposar, separar y recoger la capa inferior de cloroformo.
5. Repetir el procedimiento de extracción con otras dos alícuotas de 25 ml de cloroformo.
6. Evaporar los extractos de cloroformo combinados hasta dejar un volumen de 20 ml.

7. Transferir el extracto de cloroformo a un matraz volumétrico y diluir a 25 ml. Esta es la Solución A.
8. Tomar 5 ml de la Solución A y diluir a 50 ml con cloroformo. Esta es la Solución B.

Examen cromatográfico en capa fina *(ver pág. 247)*

Realizar el examen en las condiciones siguientes:
Solución problema: las descritas en el procedimiento de extracción.
Sistema solvente: cloroformo: metanol (19:1)
Soporte: sílica gel G.
Espesor de la capa: 508 μm.
Dimensiones de la placa: 10 x 20 cm.
Condiciones de activación: 100° C durante una hora; almacenar durante 18 horas en desecador antes de usar.
Volumen de la muestra: 5×10^{-3} ml de solución B; 1×10^{-2} ml de solución A; 2×10^{-2} ml de solución B.
Distancia de migración del solvente: 10 cm.
Condiciones cromatográficas: en luz débil.
Condiciones de desecación: aire seco.
Condiciones de detección: examinar con luz U.V. (3650 Å) a 30 cm de distancia en habitación oscura.
Aspecto de las manchas: la fluorescencia púrpura-azulada a R_f 0,5-0,55 indica aflatoxina B1; la fluorescencia verde-azulada a R_f 0,45-0,50 indica aflatoxina G_f.
Cuantía: fluorescencia con 5×10^{-3} ml de solución B, muy alta; con 2×10^{-2} ml de solución B, alta; con 1×10^{-2} ml de solución A, media.

Nota: Este método ha sido desarrollado en el Tropical Products Institute, Grays Inn Road, London.

AGUA AÑADIDA A12

1. Preparar un frasco de Dewar cilíndrico de 28 cm, contenido en una funda metálica de la manera siguiente: Cerrar herméticamente el frasco con un tapón de corcho de 3 cm de grosor. Atravesar el tapón con un tubo metálico de 250 mm por 33mm y con otro tubo metálico que se extienda hasta la base del frasco y forme en el extremo un asa con perforaciones y un tubo en forma de T para permitir la salida del vapor. A través del tapón fijar también un termómetro e igualmente un tubo de congelación de 240 mm por 29 mm en el cual se introduce un termómetro de Hortvet y un pequeño agitador.
2. Poner en el frasco 400 ml de éter previamente enfriados a 10° C.

3. Pasar aire a través del frasco para evaporar el éter y, en consecuencia, reducir aún más su temperatura.
4. Continuar reduciendo la temperatura hasta que descienda a -3^{o} C manteniendo al mismo tiempo el volumen de éter constante.
5. Poner 30-35 ml de agua destilada a 10^{o} C en un tubo de congelación y reducir la temperatura agitando a un ritmo de un golpe por segundo.
6. Cuando la temperatura se eleve como consecuencia de la congelación, observar el termómetro hasta que la temperatura permanezca estacionaria durante al menos un minuto. Leer con una precisión de $0{,}001^{o}$ C.
7. Repetir usando 30-35 ml de muestra.

Notas: 1. Porcentaje de agua añadida $= \left(\frac{T_s - T}{T_s}\right)(100 - M)$

donde T_s = punto de congelación medio de la leche normal ($-0{,}540^{o}$ C).
T = punto de congelación de la muestra.
M = sólidos totales.

2. El termómetro debe calibrarse frente a una solución patrón de sacarosa. El punto de congelación de una solución de 7 g de sacarosa en 100 ml de agua destilada es $-0{,}422^{o}$ C, y con 8,5 g en 100 ml es $-0{,}520^{o}$ C.
3. El límite legal mínimo del punto de congelación normalmente aceptado es de $-0{,}530^{o}$ C.

ALCALINIDAD DE LA CENIZA A13

1. Añadir a la ceniza 20 ml de ácido clorhídrico 0,1 M.
2. Disolver calentando en baño caliente y filtrar la solución a través de papel de filtro Whatman número 54. Evitar salpicaduras.
3. Lavar la cápsula de evaporación y el papel de filtro con agua destilada caliente. Repetir haciendo otras dos extracciones ácidas.
4. Enfriar la solución filtrada y titular con hidróxido sódico 0,1 M usando anaranjado de metilo como indicador.
5. La diferencia entre los volúmenes de ácido clorhídrico añadido y de hidróxido sódico es debida a la alcalinidad de la ceniza.
6. Calcular la alcalinidad expresándola en carbonato potásico.

Nota: 1 ml de ácido clorhídrico 0,1 M = 0,00691 g de carbonato potásico.

ALDEHIDOS A14

1. Transferir 5 g de muestra a un tubo previamente pesado, añadir 5 ml de benceno y 15 ml de solución de clorhidrato de hidroxilamina 0,5 M.
2. La solución de clorhidrato de hidroxilamina se prepara disolviendo 3,475 g de producto puro en 95 ml de etanol (60 por ciento v_o/v_o). Añadir diez gotas de anaranjado de metilo y ajustar, usando solución alcohólica de hidróxido potásico 0,5 M, a color amarillo.
3. Diluir la solución problema a 100 ml con etanol del 60 por ciento (v_o/v_o).
4. Agitar vigorosamente y titular con solución alcohólica de hidróxido potásico 0,5 M el ácido liberado hasta que el color amarillo permanezca inalterado durante dos minutos. Anotar el volumen de álcali utilizado.

Notas:

1. Porcentaje de aldehidos $= \dfrac{t \times f \times 1{,}008 \times 100}{W}$

donde t = título
W = peso tomado

2. Los factores f son los siguientes:

benzaldehido	0,053
aldehido cinnámico	0,066
citral	0,076
cuminaldehido	0,074
aldehido decíclico	0,078

3. Referencia: *Official Standardized and Recommended Methods of Analysis,* 1963, W. Heffer and Sons Ltd.

ALMIDON A15a-c

(a)

1. Transferir 10 g de muestra a un cucurucho de papel de filtro Whatman número 40 y lavar cuatro veces con éter etílico y cuatro veces con etanol al 70 por ciento.
2. Dejar drenar y transferir papel de filtro y contenido a un vaso de precipitados. Añadir 5 ml de ácido clorhídrico al 50 por ciento (v_o/v_o) y desintegrar el papel de filtro con una varilla de vidrio. Añadir otros 10 ml de ácido clorhídrico en cantidades de 1 ml durante treinta minutos.

3. Diluir a 100 ml en matraz volumétrico usando agua destilada. Agitar durante cinco minutos.
4. Filtrar a través de un crisol de Gooch y pipetar 50 ml de filtrado a un vaso de precipitados de forma baja y 250 ml de capacidad que contiene 115 ml de etanol del 96 por ciento.
5. Agitar durante un minuto, lavando las paredes con etanol al 70 por ciento. Dejar en reposo durante cinco minutos.
6. Decantar a través de un crisol de Gooch, previamente pesado, lavando el precipitado con 100 ml de etanol al 70 por ciento y 100 ml de alcohol del 96 por ciento.
7. Desecar durante tres horas a 105° C el crisol de Gooch con el residuo. Pesar.

(b)

1. Colocar el residuo de las determinaciones de humedad y grasa (método G14a) en un erlenmeyer de cuello esmerilado de 500 ml de capacidad.
2. Añadir 107 ml de solución de ácido clorhídrico (100 ml de agua destilada y 7 ml de ácido clorhídrico concentrado).
3. Calentar a reflujo durante una hora.
4. Enfriar y neutralizar con hidróxido sódico.
5. Transferir a través de papel de filtro Whatman número 1 (o equivalente) a un matraz volumétrico de 500 ml.
6. Clarificar con 5 ml de acetato de cinc al 12 por ciento y 5 ml de ferrocianuro potásico al 6 por ciento.
7. Diluir hasta la señal de enrase y filtrar.
8. Realizar una determinación de azúcar reductor por el método de Lane Eynon.

Nota: Porcentaje de azúcar invertido aparente x 0,94 = porcentaje de almidón.

(c)

1. Pesar 10 ml de muestra finamente picada en tubo de centrífuga de 250 ml y añadir 100 ml de agua destilada, 5 ml de acetato de cinc al 12 por ciento y 5 ml de ferrocianuro potásico al 6 por ciento.
2. Mezclar por agitación. Centrifugar a 1.500 r.p.m.
3. Decantar a través de papel de filtro Whatman número 3.
4. Repetir el proceso para efectuar otras dos decantaciones usando 25 ml de agua destilada a la que se ha añadido 1 ml de la solución de ferrocianuro potásico y otro de la solución de acetato de cinc. Lavar el sedimento en el papel de filtro.
5. Retirar el embudo de papel de filtro (con su contenido) y colocar-

lo en erlenmeyer de 250 ml. Perforar el papel de filtro y lavar el contenido en el erlenmeyer usando 90 ml de ácido clorhídrico 1,5 M caliente.

6. Sumergir el erlenmeyer en baño de agua caliente hasta un nivel equivalente al del líquido interior. Agitar con varilla de vidrio de cuando en cuando y mantener estas condiciones durante hora y media.
7. Enfriar y alcalinizar al tornasol usando solución de hidróxido sódico al 20 por ciento. Añadir 10 ml de ácido clorhídrico al 12 por ciento (v_o/v_o).
8. Transferir a erlenmeyer de 200 ml. Añadir 15 ml de ácido fosfotúngstico al 20 por ciento y diluir hasta la señal de enrase sin tener en consideración la capa de grasa.
9. Dejar reposar durante treinta minutos y seguidamente filtrar a través de papel de filtro Whatman número 1 (o equivalente).
10. Pipetar 1 ml de filtrado a un tubo de ebullición y añadir 5 ml de solución de fenolato sódico. (Disolver 8 g de 2:4 dinitrofenolato sódico y 2,5 g de fenol en 200 ml de solución de hidróxido sódico al 5 por ciento. Por otra parte disolver 100 g de sal de Rochelle en 700 ml de agua destilada. Mezclar y diluir a un litro).
11. Cubrir la boca del tubo de ebullición con una bola de vidrio. Calentar durante seis minutos en baño de agua hirviendo. Enfriar durante tres minutos. Diluir a 200 ml en matraz volumétrico.
12. Después de dejar reposar la solución durante veinticinco minutos leer la adsorbancia en un colorímetro fotoeléctrico a una longitud de onda de 540 nm.
13. Realizar una determinación en blanco usando 0,40 g de dextrosa diluidos a 200 ml con ácido clorhídrico 0,17 M.

Notas:

1. Este método es el de Blanchard, J. F., *J. A. O. A. C.*, 1958, *41*, (2), 288.
2. Porcentaje de azúcar reductor $= \frac{\text{"A" muestra}}{\text{"A" patrón}}$ x concentración de la dilución.

AMINOACIDOS A16

1. Dejar a reflujo la muestra con ácido clorhídrico 6 M durante 24 horas. Evaporar a sequedad en evaporador rotatorio.
2. Añadir agua y evaporar a sequedad.
3. Realizar el examen cromatográfico en las condiciones siguientes:
   Solución problema: solución al 10 por ciento de la muestra tratada en solución acuosa de isopropanol al 10 por ciento.
   Sistema solvente: *n*-butanol: ácido acético: agua (12:3:5).

Soporte: papel Whatman número 1.
Longitud del papel: 50 cm.
Método cromatográfico: descendente (ver pág. 245).
Tiempo de desarrollo: 12 horas.
Solución reveladora (pulverización): solución acetónica de ninhidrina al 0,25 por ciento.
Condiciones de revelado: mantener durante 20 minutos a 105° C.
105° C.
Comparación: frente a muestras puras de clorhidrato de aminoácidos.

ANTIOXIDANTES A17a-d

(a)

Extracción

1. Disolver 10 g de muestra en 100 ml de hexano o cloroformo.
2. Agitar la solución con cuatro alícuotas sucesivas de 25 ml de etanol p. a. del 80 por ciento (v_o/v_o) y cuatro alícuotas sucesivas de 25 ml de acetonitrilo p. a. o de acetato de etilo p.a.
3. Combinar los extractos y evaporar a sequedad en evaporador rotatorio.
4. Disolver el residuo en 2 ml de etanol.

Examen por cromatografía en capa fina (ver pág. 247)

Solución problema: la preparada (o al 0,1 por ciento en etanol).
Sistema solvente: (*a*) hexano: ácido acético glacial (2:0,5); (*b*) primera prueba benceno, segunda prueba acetonitrilo.
Soporte: (*a*) sílica gel G: Kieselguhr G (50:50); (*b*) sílica gel G.
Espesor de capa: 250 μm.
Dimensiones de la placa: 20 x 20 cm.
Condiciones de activación: 100° C durante 30 minutos.
Volumen de muestra: 5 x 10^{-6} ml.
Distancia de migración del solvente: 12 cm.
Condiciones de desarrollo: desarrollar una vez más.
Condiciones de desecación: caliente.
Detección 1ª: ácido fosfomolíbdico al 1,5 por ciento en etanol; mantener la placa en atmósfera de vapores de amoniaco.
Aspecto de las manchas: azul = BHA, eugenol azul/gris = BHT; pardusco = guayacol; pardusco/verde = galatos de NDGA.
Detección 2ª: 2:2:6 dicloroquinonacloroimida (10 mg en 100 ml éter).
Aspecto de las manchas: azul = BHA; amarillo = BHT; púrpura = NDGA; grisáceo/púrpura = galato de propilo.

(b)

1. Extraer la muestra durante la noche con 200 ml de éter de petróleo p. a.
2. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 54 a un matraz de evaporación.
3. Lavar el residuo tres veces con cantidades adicionales de éter de petróleo p. a.
4. Concentrar el extracto y líquido de lavados a un volumen de 3 ml y diluir a 5,0 ml.

Examen por cromatografía en fase gaseosa (ver pág. 249)

5. Examinar por cromatografía de gases de la forma siguiente:
   Volumen de la muestra: 3×10^{-5} ml.
   Muestra de referencia: soluciones de BHA y BHT.
   Temperatura de la columna: 220° C.
   Gas portador: helio.
   Velocidad de flujo: 80 ml min^{-1}.
   Detector: ionizador de llama.

(c)

Extracción

1. Agitar una parte de muestra con 2,5 partes de metanol del 95 por ciento.
2. Dejar reposar durante 15 minutos a 50° C.
3. Eliminar, con pipeta, la capa superior.
4. Repetir con otras 2,5 partes de metanol.
5. Combinar los extractos y añadir una pequena cantidad de carbonato cálcico.
6. Filtrar.

Detección

1. Preparar un papel cromatográfico Whatman número 3 MM de 20 cm impregnado de aceite sumergiéndolo en una solución de aceite de oliva al 10 por ciento en éter. Dejarlo secar.
2. Aplicar la solución problema a intervalos de 2 cm.
3. Desarrollar hasta que el solvente (metanol al 65 por ciento) haya migrado 12 cm.
4. Retirar el papel y dejarlo secar.
5. Sumergirlo en ácido fosfomolíbdico al 1 por ciento en acetona. Drenar.
6. Colocar el papel en una cámara que contiene una pequeña cápsula con amoníaco concentrado.
7. Los antioxidantes aparecen en forma de manchas azules.

Antioxidantes	*Valores R_f aproximados*
Hidroxitolueno butilato (BHT)	0
Galato de dodecilo	0,11
Hidroxianisol butilato (BHA)	0,33
Galato de octilo (OG)	0,52
Galato de propilo (PG)	0,78

(d)

Antioxidante (sobre la superficie de la fruta)

1. Lavar con hexano la superficie de 24 unidades de muestra.
2. Recoger el líquido de lavado y concentrarlo a 50° C manteniéndolo al baño maria.
3. Disolver el residuo en acetona y a continuación enfriar la solución hasta −10° C al objeto de precipitar la cera presente.
4. Filtrar a través de papel de filtro enfriado, lavando con más acetona refrigerada.
5. Concentrar la acetona.
6. Examinar por cromatografía bidimensional en capa fina sobre placas con soporte de sílice gel (F_{254}, 20 x 20 cm) usando
   (*a*) 1ª etapa: Benceno
   2ª etapa: Eter di-isopropilo: hexano, 1:3
   Identificación: ocumeno-2,4-dinitrofenil-hidrazina
   o (*b*) 1ª etapa: Cloroformo en una atmósfera del 80 por ciento de humedad relativa y a continuación cualquiera de las dos etapas anteriores
   o (*c*) cromatografía mono-dimensional con hexano

Notas:

1. El método de cromatografía de gases se basa en el desarrollado por Battery, R. E., *Instrumental Methodos of Food Analysis*, 1961, *Interscience*.
2. La cantidad aproximada de antioxidante puede calcularse de la siguiente forma:

$$\text{ppm} = \frac{\text{superficie x g/ml patrón x 5 x } 10^6}{\text{superficie del patrón x gramos de muestra}}$$

3. Método de Anet, E. F. L. J., 1974, *J. Sci. Fd. Agric.*, *25*, 299-304.
4. En la comunicación especial nº 1, 1963, Association of Public Analysts, se describen otros métodos.

ARSENICO A18

1. Pesar 10 g de muestra y añadirlos a 50 ml de agua destilada contenidos en un frasco Gutzeit (puede servir un frasco de boca ancha con 125 ml de capacidad).
2. Pipetar a los frascos de Gutzeit cantidades adecuadas de una solución diluida patrón de arsénico de modo que el contenido en arsénico oscile entre 20 y 200 ppm. Las soluciones diluidas de arsénico se pueden preparar a partir de una solución madre de arsénico preparada de la manera siguiente. Disolver 1,320 g de óxido arsenioso en 20 ml de hidróxido sódico 1 M, diluir a 500 ml con agua destilada, neutralizar con 20 ml de ácido clorhídrico 1 M y finalmente diluir en matraz volumétrico a 1000 ml con agua destilada. Esta solución contiene 1 mg de arsénico por ml.
3. Añadir a cada frasco, 10 ml de ácido clorhídrico brominado y calentar para disolver. Añadir varias gotas de solución de cloruro estannoso para eliminar el bromo, 10 g de cinc exento de arsénico y 2 ml de alcohol amílico. Tapar.
4. El tapón de goma utilizado para cerrar el frasco se prepara haciendo un taladro en el tapón que permita introducir muy ajustadamente un tubo de vidrio de 20 cm de longitud y 7 mm de diámetro interno. La parte del tubo que penetra en el frasco debe poseer menor diámetro. En este tubo se coloca una tira enrollada de papel de filtro que ha sido sumergida en solución de acetato de plomo al 10 por ciento y posteriormente penetrar en un tapón de goma ("A") de 2,5 cm de diámetro cuya base menor se halla en la posición proximal al frasco. Otro tubo de vidrio de 5 cm de longitud se introduce en otro tapón perforado ("B") de forma tal que el extremo terminal del tubo quede a nivel de la base mayor del tapón.
5. Preparar papeles de cloruro mercúrico sumergiendo papel de filtro Whatman del número 40 en solución de cloruro mercúrico a suturación. Drenar y desecar a 50° C. Cortar el papel en trozos cuadrados de 3 cm de lado y almacenarlos en frasco oscuro al amparo de la luz.
6. Colocar uno de los papeles de cloruro mercúrico sobre la parte superior del tapón "A". Sobre éste fijar el tapón "B" de forma que la luz de los tubos de vidrio coincida. Mantener unidos los tapones con un "clip" metálico o con una banda elástica fuerte.
7. Mantener el aparato sobre baño de agua semicaliente durante 45 minutos.
8. Retirar el papel mercúrico y compararlo con los obtenidos frente a cantidades conocidas de solución de arsénico.

Notas:

1. El papel del cloruro mercúrico no debe tocar al papel de acetato de plomo.

2. Cuando se trata de determinaciones exactas el papel de cloruro mercúrico debe prepararse en el momento del uso. Sin embargo, los papeles almacenados durante 2 meses sirven para el trabajo de control rutinario.

AZUCAR INVERTIDO DE LA MIEL A19

1. Disolver 2 g de miel en 10 ml de agua destilada y extraer con 30 ml de éter.
2. Eliminar el éter en un embudo de separación y concentrar el volumen de la capa de solvente a 5 ml.
3. Añadir 2 ml de solución de resorcinol al 1,0 por ciento. Agitar.
4. La aparición de un color rojo cereza indica la presencia de azúcar invertido comercial.

Notas:

1. Esta prueba fué descrita por White, J. W., *J. A. O. A. C.*, 1962, *3*, 45.
2. La solución de resorcinol debe prepararse antes de su uso disolviendolo en ácido clorhídrico concentrado.

AZUFRE A20

1. Pesar cantidades de muestra de 1 gramo de peso en una cápsula de porcelana, añadir 5 ml de agua destilada y 25 ml de ácido nítrico fumante (PRECAUCION).
2. Cubrir con un vidrio de reloj y dejar en reposo durante 18 horas.
3. Añadir 5 ml de nitrato magnésico 2 M y evaporar a sequedad en un baño de agua dentro de una campana de gases con suficiente ventilación.
4. Completar la evaporación usando una placa caliente y finalmente incinerar a 450° C durante tres horas.
5. Enfriar y diluir el residuo en 25 ml de ácido clorhídrico 6 M.
6. Una vez frío transferir dicho volumen a un matraz volumétrico de 250 ml de capacidad y diluir hasta la señal de enrase con agua destilada.
7. Dejar que se deposite las sustancias insolubles.
8. Tomar una alícuota adecuada del líquido claro (suficiente para obtener una lectura eficaz) y añadir suficiente cantidad de solución de cloruro de bario como para precipitar todo el sulfato presente.
10. Recoger la sal insoluble en un volumen fijo de EDTA amónico al 10 por ciento.
11. Determinar el contenido en bario del extracto en un espectrofotómetro de llama a 493 nm.

Notas:

1. Adaptado a partir de
   (*a*) Butters, B., and E. M. Cherney, 1959, *Analyst*, London, *84*, 239.
   (*b*) Cunnigham, R. K., 1962, *Chem. and Ind., 51*, 2120.
   (*c*) Bolton J. *et al.*, 1973, *J. Sci. Fd Agric., 24*, 557-563.

BASES VOLATILES TOTALES B1

1. Añadir al matraz de destilación de un aparato Kjeldahl lo siguiente:
   10 g de muestra picada
   2 g de óxido de magnésio
   3 gotas de silicona líquida antiespumante
   350 ml de agua destilada
   algunos gránulos para evitar una ebullición intensa.
2. Colocar en el frasco colector 25 ml de una solución de ácido bórico al 2 por ciento y añadir unas gotas de indicador (rojo de metilo al 0,02 por ciento y verde de bromocresol al 0,01 por ciento en etanol).
3. Conectar el aparato de forma tal que el tubo de salida del condensador moje en la solución de ácido bórico del frasco colector.
4. Calentar el matraz de destilación hasta que el líquido hierva en menos de diez minutos y proseguir la destilación a una velocidad constante de calentamiento durante veinticinco minutos.
5. Lavar el extremo inferior del condensador recogiendo el agua de lavado en el frasco colector.
6. Titular el líquido destilado y el ácido con ácido sulfúrico 0,05 M (título a).
7. Tomar con pipeta 25 ml de la solución de ácido bórico, añadir unas gotas de indicador y titular frente al ácido sulfúrico (título b).

Notas:

1. Bases volátiles = $(a - b)$ 14 mg de nitrógeno/100 g.
2. Los tiempos deben controlarse escrupulosamente si se quiere obtener resultados reproductibles.
3. Referencia del método, Lucke and Geidel, 1935, *Z. Untersuch Lebensm., 70,* 441.
4. La fracción bases volátiles totales (TVB) contiene algunas aminas volátiles tales como trimetilamina y dimetilamina, así como el amoniaco presente en la muestra de tejido.
5. El valor TVB aumenta en pescados alterados. Las muestras frescas normalmente contienen menos de 25 a 30 mg de nitrógeno por 100 g.

BENZOATO SODICO B2

1. Pesar 100 g de muestra en matraz volumétrico de 500 ml y añadir 10 ml de solución de hidróxido sódico al 10 por ciento, 120 g de cloruro sódico p. a. y suficiente agua destilada para ajustar el volumen a 400 ml.
2. Esperar dos horas agitando frecuentemente.
3. Diluir a 500 ml. Filtrar la solución a través de papel de filtro Whatman número 4 (o papel equivalente).
4. Transferir 100,0 ml de filtrado, con pipeta, a un frasco de 500 ml provisto de tapón, y neutralizar la solución usando ácido clorhídrico al 20 por ciento (v_o/v_o). Añadir un exceso de 5 ml y, seguidamente, 50 ml de cloroformo p. a.
5. Agitar intermitentemente durante treinta minutos.
6. Separar las fracciones usando embudo de separación de 250 ml.
7. Pipetar 25,0 ml de cloroformo a un erlenmeyer y evaporar el cloroformo sobre baño de vapor.
8. Añadir 100 ml de solución de etanol neutralizado al 50 por ciento y disolver el residuo calentando ligeramente.
9. Titular a pH 8,1 usando hidróxido sódico 0,05 M y microbureta.

Nota: 1 ml de hidróxido sódico 0,05 M = 0,0072 g de benzoato sódico anhidro.

CADMIO C1

(carne, hierbas, pescado enlatado, champiñones)

1. Pesar 5 g de muestra en una cápsula de platino e incinerar a 450° C.
2. Humedecer con ácido nítrico al 10 por ciento, evaporar a sequedad y volver a incinerar a 450° C.
3. Añadir 20 ml de ácido nítrico concentrado, diluir con un volumen igual de agua destilada y calentar en baño maria.
4. Enfriar y transferir con cuidado, a través de un filtro, a un matraz.
5. Lavar la cápsula con no más de 30 ml de agua destilada y añadir suficiente cantidad de amoniaco para bajar el pH a 3,0.
6. Enfriar a temperatura ambiente y a continuación transferir con agua destilada a un matraz volumétrico de 100 ml.
7. Diluir hasta la señal de enrase.
8. Tomar una alícuota de 50 ml y añadir 2 ml de sal amónica de ácido pirrolidin-ditiocarbámico al 2 por ciento para quelar el plomo o cadmio presente en la muestra.
9. Dejar en reposo durante cinco minutos.

10. Extraer con 10 ml de 4-metil-penten-2-ona y filtrar el extracto a través de papel de separación de fase Whatman IPS.
11. Determinar el cadmio por aspiración directa en un espectrofotómetro de absorción atómica usando, como agente oxidante, una llama de aire-acetileno y líneas de resonancia de 228,8 nm para el cadmio y 283,3 nm para el plomo.

Notas:

1. Referencia del método Thomas, B., J. A. Roughan and J. D. Watters, 1972, *J. Sci. Fd. Agric., 23,* 1493.
2. Peterson G. E. and E. W. Currier (1971, *Methods for Emissión Spectrochemical-Analysis,* ASTM) describieron la determinación de cadmio por tratamiento con solución de paladio y utilizando una anchura espectral de 2700 a 3300 Å para una exposición en el arco (voltaico) de 60 segundos y 20 de amplitud de ranura.
3. Las soluciones preparadas deben almacenarse en frascos de politeno antes del uso.
4. Las determinaciones deben realizarse dentro de las 3 horas siguientes a la extracción.
5. Detalles de los resultados de un examen sobre la presencia de cadmio en un amplio número de alimentos se dan en el cuarto informe de la "UK Working Party on the Monitoring of Foodstuffs for Heavy Metals" (HMSO, 1973).
6. El organismo Working Party (*loc. cit.*) concluyó que las principales causas de contaminación derivan de (*a*) deposición procedentes de la polución atmosférica, (*b*) captación de agua contaminada, (*c*) aumento del uso de fertilizantes de la variedad de los superfosfatos, (*d*) utilización en los campos de los lodos de aguas residuales, (*e*) nivel industrial y (*f*) producción de humos industriales.
7. Las concentraciones de cadmio encontradas (*loc. cit.*) en la mayoría de los productos alimenticios oscilan entre 0,01 y 0,04 mg kg^{-1}. En carne de vacuno, de cerdo y riñones de cordero se encontraron 0,50, 0,24 y 0,27 mg kg^{-1} respectivamente. Los alimentos en los que se encontró concentraciones medias más altas fueron carne enlatada y empanada de riñón (0,12 mg kg^{-1}), espinacas enlatadas y congeladas (0,08 mg kg^{-1}), maíz enlatado (0,08 mg kg^{-1}), champiñón enlatado (0,11 mg kg^{-1}), espárrago enlatado (0,16 mg kg^{-1}), sardinas enlatadas (0,18 mg kg^{-1}) y hierbas desecadas (0,79 mg kg^{-1}).
8. En el informe anterior (*loc. cit*) se concluye que la ingestión de cadmio en 1,5 kg de alimentos consumi-

dos por un adulto medio, en el Reino Unido, oscila de 15 a 30 μg por día.

CAFEINA C2a ó b

(a)

Extracción

1. Siempre que sea necesario, extraer durante una hora 1 g de muestra molida con agua acidulada caliente (0,1 ml de ácido clorhídrico concentrado en 80 ml de agua destilada) en aparato de reflujo de Soxhlet. Diluir a 100 ml.
2. Preparar dos columnas cromatográficas como se indica seguidamente:
   (*a*) Mezclar 2 g de celita 545 con 2 ml de ácido sulfúrico 2 M y transferir a una columna de 250 x 25 mm tapada con lana de vidrio.
   (*b*) Mezclar 3 g de celita 545 con 2 ml de hidróxido sódico 2 M y transferir a una columna de 250 x 25 mm tapada con lana de vidrio.
3. Añadir a 2 ml del extracto de la muestra o a 2 ml de muestra disuelta al 2 por ciento o a 5 ml de muestra líquida, suficiente carbonato sódico en polvo para neutralizar toda la acidez. Añadir un exceso de 0,5 g de carbonato sódico.
4. Añadir a la alícuota el mismo peso de celita 545 más un gramo adicional de material. Mezclar íntimamente y transferir a la segunda columna (b). Lavar en seco con cantidades de 1 g de celita 545.
5. Pasar 150 ml de éter, saturado de agua, por la columna de modo que el eluido de la columna (b) pase por la columna (a).
6. Pasar otros 50 ml de cloroformo, saturado de agua, a través de la columna (a) solamente y despreciar el eluido.
7. Pasar 50 ml de cloroformo, saturado de agua, a través de la columna (a), recogiendo el líquido eluido en matraz volumétrico. Enrasar.
8. Medir espectrofotométricamente la absorbancia a 276 nm frente a una solución patrón de cafeína que contiene 10 ng ml^{-1} de cloroformo. Es preferible determinar el espectro U. V. desde 350 nm para establecer una línea base satisfactoria.

Nota: Referencia del método: Levine, J., 1962. *J. A. O. A. C., 45,* 254-5.

(b)

1. Pesar porciones de 5 ó 10 g de muestra en un erlenmeyer de 1 litro de capacidad, previamente tarado y graduado a nivel de los 500 ml.

2. Añadir 500 ml de agua destilada, mezclar y calentar hasta ebullición.
3. Añadir 10 g de óxido de mercurio y hervir a fuego lento durante dos horas, añadiendo agua en cantidad suficiente para mantener el nivel constante a 500 ml.
4. Enfriar y pesar.
5. Añadir más agua destilada con pipeta hasta ajustar el peso a 550 g.
6. Mezclar y filtrar.
7. Pipetar dos alícuotas de 100 ml de filtrado en un embudo de separación de gran capacidad (ver nota).
8. Añadir 20 ml de ácido sulfúrico al 10 por ciento (v_o/v_o) y mezclar.
9. Extraer con seis alícuotas de 15 ml de cloroformo, separando las capas del solvente y combinándolas.
10. Lavar el extracto de cloroformo por agitación con 10 ml de hidróxido potásico al 1,0 por ciento (p_o/v_o);
11. Separar y lavar el hidróxido potásico del lavado anterior con 2 volúmenes de 15 ml de cloroformo.
12. Combinar los lavados de cloroformo con el extracto de cloroformo inicial y seguidamente reducir el volumen hasta aproximadamente 15 ml mediante evaporación.
13. Transferir el líquido a un matraz Kjeldahl utilizando pequeñas cantidades de cloroformo, evaporar de nuevo el cloroformo y a continuación determinar el contenido en nitrógeno como se describe en el método N2.

Notas: El volumen del filtrado tomado (etapa 7) debe ajustarse para que la cantidad que contiene el material original sea aproximadamente de 2 g para café instantáneo o 4 g en otros casos.

CALCIO C3a-b

(a)

1. Pesar 2 g de muestra en un crisol de platino e incinerar a 450° C.
2. Retirar de la mufla y enfriar.
3. Añadir 10 ml de ácido clorhídrico (1 parte de ácido clorhídrico concentrado a 2 partes de agua).
4. Evaporar a sequedad.
5. Repetir las etapas 3 y 4.
6. Repetir la etapa 3, calentar hasta disolver el material soluble en ácido y transferir a través de un papel de filtro de grado fino a un matraz volumétrico de 100 ml.
7. Después de lavar el papel de filtro, transferirlo a la cápsula de platiño, añadir 5 ml de ácido fluorhídrico (precaución) evaporar, recoger el residuo en ácido clorhídrico concentrado y transferirlo al matraz volumétrico.

(*Nota:* Esta etapa puede suprimirse si se comprueba que las etapas de 1 a 6 son suficientes para arrastrar todo el calcio).

8. Enfriar el matraz y los contenidos hasta 20° C y diluir hasta la señal de enrase.
9. Si se observa turbidez tomar alícuotas adecuadas y centrifugar.
10. Introducir en el espectrofotómetro de llama utilizando las siguientes condiciones

Tipo de espectrofotómetro	– Prisma con fotomultiplicador
Línea	– 422,7 nm (principal)
	– 535,5 nm (secundaria)
Llama	– aire-acetileno
Margen de análisis	– 0,100 μg (anchura de la ranura 0,08 mm)
Solución patrón	– carbonato cálcico en ácido clorhídrico (al 1 por ciento)

Notas:

1. Referencias del método Philips, 1970, *Analytical Flame Spectrophotometry*; Macmillan; M. A. Perring, *J. Sci. Fd/Agric.*, 1974, 25, 337-245.
2. Los recipientes deben ser de vidrio borosilicato para evitar la contaminación - cuando sea necesario usar un tapón de plástico que no debe retirarse hasta el último momento.
3. Según Perring (*loc. cit.*). las corrosiones de los mecheros de acero inoxidable pueden evitarse utilizando equipo de titanio y unidades nebulizadoras revestidas con fluorocarbonos.
4. La solución preparada desde las etapas 1 a la 9 puede usarse en la determinación de calcio, potasio y sodio y los detalles de las condiciones espectrofotométricas se dan en los apartados correspondientes.

(b)

1. Lavar la muestra, descortezarla y macerarla en un mortero.
2. Someter a reflujo 50 g de muestra en 250 ml de etanol al 90 por ciento durante 30 minutos.
3. Filtrar y lavar el precipitado con etanol al 70 por ciento.
4. Desecar el precipitado en estufa de vacio a 35° C.
5. Tomar muestras duplicadas de 1 g de sustancia e incinerar a 550° C durante 16 horas.
6. Añadir 2 gotas de ácido sulfúrico y continuar la incineración durante cuatro horas más.
7. Disolver en ácido clorhídrico p.a. y transferir a un matraz volumétrico de 50 ml.

8. Añadir suficiente cantidad de solución de cloruro de lantano al 0,1 por ciento como agente quelante y determinar el contenido en calcio usando un espectrofotómetro de absorción atómica.

Notas:
1. Referencia del método Warren, D. S., J. S. Woodman, 1973, *J. Sci. Fd Agric.*, *24*, 769-777.
2. Mediante este método puede determinarse igualmente magnesio (método M1).

CAPACIDAD DE EXTRUSION C4

(conducta plástica)

Usando el "NIRD/BFMIRA extruder"

1. Tomar una cantidad de muestra taladrando el material intacto con el cilindro de extrusión.
2. Colocar una matriz de orificio apropiado en el cilindro y fijar sobre la prensa móvil.
3. Elegir un muelle adecuado que produzca una deflexión total de la escala de 7,5 cm sobre el papel para una presión determinada.
4. Dirigir el pistón a la entrada del cilindro y poner en operación el aparato para forzar el material a través del orificio.
5. La fuerza requerida para mantener la extrusión viene dada por la gráfica obtenida sobre el papel.

Notas:
1. La presión indica la extensibilidad de las grasas.
2. El valor mínimo de la gráfica después del ascenso inicial es la presión de extrusión en gramos para una velocidad y temperatura dadas.
3. Las variaciones en la gráfica indican la naturaleza no homogénea de la muestra.
4. El área determinada por las curvas es igual a la energía de la extrusión.

CARBOHIDRATOS, DETECCION DE C5a ó b

(a)

Soporte: papel Whatman número 1.
Técnica: descendente (ver pág. 245).
Longitud: 50 cm.
Solvente X: *n*-butanol: etanol: agua (40: 1,1: 1,9).
Tiempo de desarrollo X: 18 horas.

Solvente Y: propanol: acetato de etilo: agua (7: 1: 2).
Tiempo de desarrollo Y: 18 horas.
Revelador (pulverización) A: 1,66 g ácido ftálico
1,63 g ácido tricloroacético
1,83 g anilina
3,00 ml ácido clorhídrico
90,0 ml ácido acético glacial

Aspecto de A: fructosa — amarillo
dextrosa — pardusco
sacarosa — rojo-pardusco
maltosa — gris-pardusco
lactosa — pardusco

Revelador (pulverización) B: solución de orcinol al 1 por ciento en ácido fosfórico al 50 por ciento.
Condiciones de revelado A y B: 1 hora a 105° C.
Carbohidratos detectables B: manosa, galactosa, glucosa, almidón.
Revelador (pulverización) C: 0,93 g anilina
160 g ácido ftálico
disolver en 100 ml de agua destilada saturada de butanol.

(b)

Cromatografía en papel
Solución problema: solución acuosa al 0,1 por ciento.
Técnica: descendente (ver pág. 245).
Longitud del papel: 50 cm.
Sistema solvente: alcohol *n*-propílico: acetato de etilo: agua (60: 10: 30).
Tiempo de desarrollo: 24 horas.
Técnica de revelado: inmersión.
Revelador: 5 partes de solución de anilina al 4 por ciento en metanol, 5 partes de solución de difenilamida al 4 por ciento en metanol, 1 parte de ácido fosfórico.
Condiciones de revelado: 10 minutos a 105° C.
Identificación: comparación con productos puros.

Nota: El método (b) es una adaptación del de Buchan, J. L. and R. I. Savage, 1952, *Analyst, 77,* 1-6.

CARBOHIDRATOS, DETERMINACION DE AZUCARES C6

Separación

1. Preparar una columna cromatográfica con camisa de agua de

50 cm x 12 mm de la manera siguiente:

(*a*) Tapar el extremo de salida de la columna con algodón y añadir sobre el tapón una papilla de 0,1 g de kieselguhr en agua.

(*b*) Preparar una papilla con 3,5 g de carbón activado B. D. H. y 3,5 g de kieselguhr en agua destilada y pasarla a través de la columna mediante vacío.

(*c*) Sobre la parte superior del material de relleno de la columna poner un círculo de papel de filtro. *No permitir que la columna se seque antes de ésta fase.*

2. Añadir a la columna 5 ml de solución conteniendo 100 mg de azúcar y hacerlos pasar a través de ella bajo succión. Despreciar el eluido.
3. Lavar las paredes de la columna con unos mililitros de agua destilada. Hacerlos pasar por la columna bajo succión. Despreciar.
4. Eluir los azúcares de la manera siguiente recogiendo las fracciones en matraces para determinación de azúcares de 100-110 ml o en matraces volumétricos graduados:

100 ml de agua destilada	—	dextrosa
100 ml etanol al 5 por ciento	—	maltosa
150 ml etanol al 8 por ciento	—	maltotriosa
200 ml etanol al 12 por ciento	—	maltotetraosa

Determinación

1. Preparar el micro-reactivo de Somogyi de cobre de la forma siguiente:
   Disolver 30 g de tartrato sódico potásico y 30 de carbonato sódico anhidro en 200 ml de agua caliente y añadir 80 ml de hidróxido sódico 0,5 M y 80 ml de sulfato de cobre ($SO_4Cu.\ 5H_2O$) al 10 por ciento (p/v). Hervir. Disolver en otro vaso de precipitados, 290 g de sulfato sódico ($SO_4Na_2.\ 10H_2O$) en 300 ml de agua y hervir. Mezclar las dos soluciones y añadir 8 g de yoduro potásico y 10 ml de yodato potásico 1 M. Diluir a un litro con agua destilada hervida.
2. Tomar volúmenes de 5 ml de eluido y solvente de elución y colocarlos en tubos de ebullición de 15 x 2,5 cm.
3. Añadir 5 ml de reactivo de Somogyi modificado al primer tubo y taparlo con una bola de reflujo. Colocar el tubo en baño de agua hirviendo durante 10 minutos (en el caso de eluidos con agua) o 20 minutos (en el caso de eluidos etanólicos).
4. Añadir el reactivo de Somogyi a los restantes tubos a intervalos de cinco minutos y colocar en el baño de agua hirviendo.
5. Transcurrido el correspondiente intervalo de tiempo, retirar el tubo, enfriar durante 2,5 minutos y añadir 1 ml de ácido sulfúrico 6 M con pipeta de vertido rápido. Agitar.

6. Titular con tiosulfato sódico 0,005 M añadiendo como indicador, cuando se aproxime al punto final, solución al 1 por ciento de almidón recién preparada.
7. La diferencia entre el título medio del solvente de elución y del eluido puede utilizarse para calcular el contenido en azúcar refiriéndose a la Tabla II.

Notas:

1. El uso de las técnicas de cromatografía en fase gaseosa para la determinación de azúcares individuales en mezclas complejas tales como miel y jarabes glucosados fueron revisadas por Birch, G. G. (1973, *J. Fd. Tech., 8,* 229-246). Para producir la trimetilsililación de una muestra de jarabe de azúcar se trata con NO-Bis-(trimetilsilil)-acetamida, trimetilsilildietilamina y hexametil disilazano. Esta mezcla de reacción se puede adquirir bajo el nombre comercial de SILYL-8 de la firma Pierce Chemical Co. Una solución acuosa se inyecta a la columna preparada de grasa de silicona al 20 por ciento sobre Chromosorb W de 60/80 mallas o empaquetada sin demasiada firmeza de HXR al 3 por ciento sobre Chromosorb W (AW-DMCS). Una programación eficaz de la temperatura resulta en el margen de 90 a 400° C a una velocidad de aumento de 15° C/min. (Beedle, J. B., 1969, *J. Agric. Fd. Chem., 17,* 303).
2. Información adicional sobre cromatografía en columna puede verse en el Capítulo 3, Sección III.

Tabla II

Relación entre el tiosulfato 0,005 M y el peso de los azucares presentes.

Dextrosa									
Tiempo de calentamiento (min.)	Volumen de tiosulfato 0,005 M ml	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	6.00	7.00	8.00
10	Azúcar anhidro mg	0.165	0.320	0.472	0.623	0.778	0.932	1.082	1.233
	Factor	0.165	0.160	0.157	0.156	0.156	0.155	0.155	0.154
Maltosa									
Tiempo de calentamiento (min.)	Volumen de tiosulfato 0,005 M ml	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	4.00	5.00
20	Azúcar anhidro mg	0.161	0.312	0.454	0.588	0.715	0.837	1.088	1.325
	Factor	0.321	0.312	0.303	0.294	0.286	0.279	0.272	0.265

Continuación tabla II

Maltotriosa									
Tiempo de calentamiento (min.)	Volumen de tiosulfato 0,005 M ml	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00	1.20	1.40	1.60
20	Azúcar anhidro mg	0.094	0.184	0.270	0.352	0.430	0.504	0.578	0.654
	Factor	0.470	0.460	0.450	0.440	0.430	0.420	0.413	0.409
Maltotetraosa									
Tiempo de calentamiento (min.)	Volumen de tio sulfato 0,005 M ml	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
20	Azúcar anhidro mg	0.065	0.130	0.195	0.260	0.325	0.389	0.451	0.513
	Factor	0.650	0.650	0.650	0.650	0.650	0.648	0.645	0.641

Nota: El factor del azúcar es igual a mg de azúcar por 1 ml de tiosulfato sódico 0,005 M.

Cálculo

$$\text{Porcentaje de azúcar} = (T_B - T_S)\, f \times V/v \times 100/w$$

donde T_B es la medida del título del blanco en ml de tiosulfato sódico 0,005 M.

T_S es el título medio del azúcar en ml de tiosulfato sódico 0,005 M.

f_S es el factor del azúcar dado en la Tabla II.

V es el volumen total de eluido.

v es el volumen de eluido usado en la determinación de Smogyi.

w es el peso de la glucosa colocada en la columna.

CENIZA C7

1. Pesar 5 g de muestra sólida o tomar 25 ml de muestra líquida en cápsula de evaporación de platino o porcelana perfectamente desecada.
2. Si la muestra es de naturaleza líquida, evaporar el agua sobre baño de agua caliente. Añadir 1 ml de solución de etanol: glicerol (50: 50).
3. Carbonizar sobre llama de mechero bunsen.
4. Incinerar a 550-570° C. Esta temperatura aproximadamente se alcanza al aparecer en el interior del horno de mufla un color rojo oscuro.
5. Pasada una hora retirar la cápsula y colocarla en un desecador para que se enfríe. Pesar.
6. Incinerar durante otros 15 minutos y volver a pesar después de enfriar. Repetir si se observa una disminución de peso significativa.

Nota:
1. La ceniza del té debe ser gris en lugar de verde.
2. Para acelerar la prueba se añade a la ceniza fría 2 gotas de éter de petróleo y se vuelve a incinerar.

CENIZA INSOLUBLE EN ACIDO C8

1. Cubrir la ceniza previamente determinada con ácido clorhídrico concentrado y evaporar a sequedad en baño de agua hirviendo.
2. Repetir la adición de ácido clorhídrico con la consiguiente evaporación.
3. Deshidratar a 150° C sobre baño de arena durante una hora.
4. Añadir 20 ml de solución de ácido clorhídrico al 10 por ciento y calentar sobre baño de agua hirviendo durante 10 minutos.
5. Decantar el líquido sobre un papel de filtro "sin cenizas".
6. Repetir usando otras dos alícuotas de 25 ml de ácido clorhídrico al 10 por ciento.
7. Lavar las cenizas residuales en el papel de filtro usando agua destilada caliente.
8. Lavar el residuo del papel de filtro con abundante agua destilada.
9. Colocar el papel de filtro con el residuo en la cápsula de evaporación y volver a incinerar en la mufla hasta que la cápsula alcance peso constante.

Nota:

$$\text{Ceniza insoluble en ácido} = \frac{\text{peso del material residual x 100}}{\text{peso de la muestra}}$$

CENIZA SOLUBLE EN AGUA C9

1. Pesar 5 g de muestra en cápsula de platino o porcelana previamente pesada.
2. Carbonizar. Incinerar a 550-570° C hasta obtener ceniza blanca y libre de carbón.
3. Enfriar y pesar.
4. Añadir 25 ml de agua destilada a la cápsula. Hervir suavemente.
5. Decantar el líquido a través de un papel de filtro "sin cenizas". Repetir la extracción con otros 25 ml de agua destilada.
6. Lavar cuidadosamente la cápsula recogiendo el residuo en el papel de filtro.
7. Retirar el papel de filtro y transferirlos a la cápsula de incineración. Desecar en estufa a 105° C durante una hora.
8. Transferir la cápsula al horno de mufla e incinerar a 550-570° C hasta que se halle libre de carbón.
9. Enfriar y pesar.

CENIZA TRATADA CON ACIDO SULFURICO C10

1. Pesar 1-0 g de muestra en cápsula de platino y humedecerla con 0,5 ml de ácido sulfúrico concentrado.
2. Calentar suavemente sobre llama de bunsen agitando con rotación para favorecer la mezcla.
3. Cuando toda la materia combustible se haya quemado, colocar la cápsula y contenido en horno de mufla a 550° C e incinerar.
4. Retirar periodicamente la cápsula y después de enfriarla en desecador humedecer con unas gotas de ácido sulfúrico concentrado.
5. Volver a calentar a 800° C hasta alcanzar peso constante.

CIDRONELA C11

1. Pesar en tubo tapado una cantidad de muestra que contenga aproximadamente 0,8 g de cidronela.
2. Enfriar a 0° C o temperatura inferior.
3. Añadir 10 ml de clorhidrato de hidroxilamina 1 M (6,95 g de clorhidrato de hidroxilamina pura se disuelven en 100 ml de etanol al 95 por ciento y se lleva a pleno color amarillo con solución alcohólica de hidróxido potásico 0,5 M usando amarillo de dimetilo como indicador). Enfriar a 0° C.
4. Titular el ácido liberado con solución alcohólica de hidróxido potásico 0,5 M hasta aparición de color rojo usando amarillo de dimetilo como indicador.

5. Dejar reposar a temperatura ambiente durante una hora y continuar la titulación hasta aparición de un tono completamente amarillo.

Notas:

1. Este método apareció descrito en *Analyst*, 1932, *57*, 773.
2. El porcentaje de cidronela puede calcularse de la forma siguiente:

$$\text{porcentaje de cidronela} = \frac{T \times 0{,}077 \times 1{,}088 \times 100}{w}$$

donde w = peso
T = título

CINC C12

1. Incinerar 10 g de muestra a 450° C.
2. Añadir 10 ml de ácido clorhídrico al 50 por ciento (v_o/v_o), evaporar a sequedad, repetir la acidificación y evaporación, y disolver el residuo en 5 ml de ácido clorhídrico concentrado.
3. Lavar el extracto con agua sobre un papel de filtro Whatman número 541 a un matraz volumétrico de 50 ml y añadir agua destilada hasta la señal de enrase.
4. Preparar una solución de ditizona de la forma siguiente: disolver 0,1 de difeniltiocarbazona en tetracloruro de carbono. Enrasar a 100 ml en matraz volumétrico. Extraer 10 ml de la solución anterior con dos alícuotas de 50 ml de solución de amoniaco al uno por ciento. Eliminar la capa de tetracloruro de carbono. Filtrar la capa acuosa. Acidificar la solución con ácido clorhídrico al uno por ciento. Extraer el precipitado con 50 ml de tetracloruro de carbono. Repetir la extracción con tres alícuotas de 10 ml de tetracloruro de carbono. Combinar las capas de tetracloruro de carbono y enrasar a 100 ml en matraz volumétrico.
5. Colocar 2 ml de una solución de ácido cítrico al 50 por ciento (p_o/v_o) en un embudo de separación (Z), neutralizar con amoníaco 0,880 utilizando papeles indicadores del pH y añadir tres gotas de amoníaco en exceso. Extraer con 5 ml de solución de ditizona.
6. Separar y añadir la capa acuosa a 10 ml de solución problema mantenida en un segundo embudo de separación (Y). Lavar la capa de tetracloruro de carbono (etapa 5) con agua destilada y transferir los lavados al embudo de separación (Y). Descartar el tetracloruro de carbono.

7. Añadir 10 ml de ditizona a la capa acuosa (Y), agitar vigorosamente, separar y transferir el tetracloruro de carbono al embudo de separación Z.
8. Repetir el paso anterior con tres alícuotas de 5 ml de ditizona combinando los extractos de tetracloruro de carbono en el embudo de separación Z.
9. Acidificar los extractos combinados de tetracloruro de carbono por adición de 5 ml de ácido clorhídrico 0,02 M. La capa de solvente debe ser verde, si no es así añadir más ácido (en volúmenes de 1 ml) hasta que la capa permanezca de color verde después de agitar. Separar.
10. Transferir la capa de tetracloruro de carbono a un tercer separador (X). Extraer con ácido clorhídrico 0,02 M (3 ml). Añadir ésta capa acuosa al separador Z. Lavar el extracto ácido con 2 ml de tetracloruro de carbono. Eliminar los líquidos de lavado.
11. Colocar 5 ml de solución tampón (disolver 27,2 g de acetato sódico con tres moléculas de agua en agua destilada y 12 ml de ácido acético glacial y llevarlo a 200 ml con agua destilada) en un cuarto separador W. Añadir 1 ml de tiosulfato sódico al 25 por ciento (p_o/v_o). Extraer con 3 ml de ditizona. Eliminar la capa de tetracloruro de carbono. Lavar con 2 ml de tetracloruro de carbono y eliminar los líquidos.
12. Tranferir la capa acuosa del embudo de separación W al líquido problema en el Z. En esta etapa el pH debe ser de 4,0 a 4,5.
13. Titular con solución de ditizona, agitando después de cada adición y dejando que se separe. Extraer la capa de tetracloruro de carbono antes de cada adición posterior. El punto final de la titulación se alcanza cuando la capa de tetracloruro de carbono permanece verde. Anotar el título (T_t).
14. Extraer la capa acuosa con 3 ml de ditizona. La capa de tetracloruro de carbono debe estar verde. Eliminar la capa de tetracloruro de carbono. Lavar con dos alícuotas de 3 ml de tetracloruro de carbono y eliminar los líquidos de lavado.
15. Añadir 10,0 ml de la solución patrón de cinc (0,044 g de sulfato de cinc con siete moléculas de agua se disuelven en 50 ml de ácido sulfúrico 0,01 M y se lleva a 1000 ml con agua destilada. Cada ml de ésta solución contiene 10 μg de cinc). Repetir la titulación con ditizona. Anotar el título (T_s).

Notas:

1. μg de cinc en la solución problema = $\dfrac{100 \times T_t}{T_s}$
2. Desarrollado a partir del método descrito por la Society of Analytical Chemistry, *Determination of Trace Elements*, 1963, W. Heffer y Sons Ltd., Cambridge.
3. Los dos títulos no deben diferir más de un 20 por ciento.

COBRE C13a-b

(a)

1. Incinerar 5 g de muestra a 600° C (método C7).
2. Recoger la ceniza en 10 ml de ácido clorhídrico al 20 por ciento (p_o/p_o) calentando suavemente cuando sea necesario.
3. Transferir el ácido anterior a un matraz volumétrico de 100 ml, enfriar a 20° C, diluir hasta la señal de enrase y filtrar a través de papel de filtro Whatman número 54.
4. Tomar con pipeta 10 ml de filtrado e introducirlo en un matraz volumétrico de 50 ml. Si las lecturas en el absorciómetro son bajas o si se precisa repetir la prueba tomar mayor volumen de filtrado.
5. Añadir 5 ml de solución de acetato amónico al 50 por ciento (p_o/p_o) y suficiente amoniaco 0,880 para la neutralización de la solución. Añadir 1 ml de amoniaco en exceso.
6. Añadir 1 ml de solución de goma de acacia al 5 por ciento y 2 ml de solución acuosa de dietilditiocarbamato sódico al 0,1 por ciento preparada recientemente. Mezclar y enrasar.
7. Medir la densidad óptica utilizando un absorciómetro con cubetas de 1 cm de camino óptico y filtro Ilford número 601 (o equivalente).
8. Determinar el contenido en cobre por referencia a una curva patrón obtenida utilizando cantidades de 5 a 40 ml de solución de sulfato cúprico. Esta solución se prepara disolviendo 3,928 g de sulfato cúprico ($5H_2O$) en agua destilada y enrasando a 500 ml en matraz volumétrico. Si se diluye 10 ml de ésta solución a 1.000 ml, cada 1 ml de la solución diluida contiene 2 μg de cobre.

Notas:

1. En todas las etapas de ésta determinación deberá utilizarse agua destilada libre de metales.
2. El hierro en cantidades trazas puede interferir en la determinación. Si se sospecha la presencia de hierro debe suprimirse añadiendo 2 ó 3 ml de solución de EDTA al 5 por ciento después de la etapa 4.
3. Cuando no se dispone de un absorciómetro deben continuarse, después de la etapa 6, utilizando tubos Nessler de 50 ml.

(b)

1. Preparar la ceniza insoluble en ácido como se detalla en el método C8 evaporando a sequedad con los ácidos clorhídrico y nítrico

y finalmente extrayendo con 10 ml de ácido clorhídrico 0,1 M y 10 ml de agua destilada.
2. Añadir 1 ml de ditiocarbamato amónico al 1 por ciento y 5 ml de isoamil-metilcetona.
3. Agitar y centrifugar si se necesita para separar las capas formadas.
4. Medir la absorción de la capa de solvente orgánico superior utilizando un espectrofotómetro de absorción atómica (doble escala espandida, capacitancia externa, flujo de acetileno reducido).
5. Comparar los resultados a los obtenidos por representación gráfica de las absorciones de diversas soluciones patrón de cobre (ver nota).

Notas:

1. Preparar la solución patrón de cobre de la manera siguiente: disolver 0,2000 g de alambre de cobre puro en 15 ml de ácido nítrico concentrado. Diluir con agua destilada a 200 ml en matraz volumétrico (Solución A que contiene 1 mg de cobre por mililitro). Para realizar el análisis tomar con pipeta 20 ml de la solución A y diluir a 200 ml en un matraz volumétrico (Solución B que contiene 0,1 mg de cobre por mililitro). Tomar 1 ml de la solución A y diluirlo con ácido sulfúrico 0,1 M a 1.000 ml en matraz volumétrico (Solución C que contiene 1 μg de cobre por mililitro).
2. Método adoptado de Morgan, M. E., 1964, Atomic Absorption News Letter, No. 21.

COLAGENO C14

(huesos de vacuno)

Colágeno o proteina	=	hidroxiprolina x 7,25
Contenido en nitrógeno del colágeno	=	colágeno ÷ 5,55
Nitrógeno proteínico no colágeno	=	nitrógeno total - nitrogeno del colágeno.- nitrógeno no proteico
Proteina no colágena	=	nitrógeno proteínico no colágena x 6,25

Notas:

1. Adecuado para las determinaciones en extractos de huesos vacunos.
2. Método de Duerr, P. E. and M. D. Earle, 1974, *J. Sci. Fd Agric., 25,* 121-128.

COLESTEROL C15

1. Pesar con exactitud de 1 a 2 g de muestra y añadir 10 ml de hidróxido potásico al 60 por ciento (p_o/p_o). Colocar en baño de agua caliente durante tres horas.
2. Enfriar. Añadir etanol y dispersar.
3. Extraer la solución tres veces con alícuotas de 50 ml de éter dietílico.
4. Lavar la mezcla en un embudo de separación y añadir 100 ml de hidróxido potásico al 10 por ciento. Agitar. Separar.
5. Añadir 50 ml de éter dietílico a la capa acuosa. Agitar, separar y combinar las capas de éter.
6. Agitar las capas de éter combinadas con cantidades de 25 ml de hidróxido potásico 2 M, ácido clorhídrico 2 M y dos veces con agua destilada. Desecar el sulfato sódico varias veces con éter dietílico antes de despreciarlo.
7. Evaporar el éter. Añadir 2 ml de éter asegurándose de que toda la fracción insaponificable se halla en solución.
8. Añadir 0,2 ml de bromo y dejar reposar la mezcla en baño de hielo durante diez minutos.
9. Añadir rapidamente 15 ml de ácido acético al 80 por ciento (p_o/v_o) y dejar durante otros diez minutos en baño de hielo.
10. Filtrar la solución a través de un crisol de Gooch lavando con ácido acético enfriado con hielo. Lavar tres veces con agua helada.
11. Lavar el filtro con 10 ml de alcohol, cuatro alícuotas de 5 ml de éter dietílico y dos alícuotas de 5 ml de etanol. Añadir 1 ml de hidróxido potásico al 10 por ciento a la mezcla de alcohol-éter y evaporar a sequedad.
12. Añadir al residuo 50 ml de agua y neutralizar con solución de ácido clorhídrico 6 M.
13. Añadir 10 g de cloruro sódico, 3 g de fosfato sódico y 20 ml de hipoclorito sódico. Hervir. Retirar del calor y añadir lentamente 5 ml de formiato sódico al 50 por ciento.
14. Enfriar rapidamente y añadir 100 ml de agua, 5 ml de solución de yoduro potásico al 20 por ciento, dos gotas de solución de molibdato amónico al 5 por ciento y 25 ml de solución de ácido clorhídrico 6 M.
15. Titular usando tiosulfato sódico 0,02 M y solución recién preparada de almidón al 1 por ciento como indicador.

Notas:

1. mg de colesterol = 0,55 más 0,688 x t (t = título).
2. Referencia del método: *J. A. O. A. C.*, 1941, *24*, 119 y *J. A. O. A. C.*, 1942, *25*, 365.

COLOR, EXAMEN DEL C16

Extracción

(Adaptado de *Analyst,* 1963, *88*, 864-871).

Azúcar de confitería (exento de grasa)

Disolver en agua. Añadir 8 ml de ácido sulfúrico al 25 por ciento por cada 100 ml de solución. Extraer con *n*-butanol.

Azúcar de confitería (conteniendo grasa)

Disolver en agua, llevar el pH justamente al lado alcalino, filtrar con succión usando portafiltros. Añadir 8 ml de ácido sulfúrico al 25 por ciento por cada 100 ml de solución. Extraer con *n*-butanol.

Dulces

Desecar al aire, desengrasar con éter de petróleo ligero, extraer con etanol al 50 por ciento conteniendo un 1 por ciento de amoníaco.

Productos cárnicos

Extraer con etanol al 50 por ciento conteniendo un 4 por ciento de amoníaco durante treinta minutos, filtrar y concentrar. Acidificar con ácido sulfúrico aproximadamente al 1 por ciento. Extraer con *n*-butanol.

Pastas de pescado

Extraer durante diez minutos con acetona al 50 por ciento conteniendo 0,5 ml de amoníaco. Centrifugar y evaporar la capa líquida. Extraer la grasa con éter. Disolver en 25 ml de ácido sulfúrico al 1 por ciento y extraer con *n*-butanol.

Verduras enlatadas

Homogeneizar.
Añadir 25 ml de ácido sulfúrico al 1 por ciento a igual peso de muestra. Extraer en solución caliente de isobutanol.

Concentración de los extractos

En evaporador rotatorio.

COLOR, IDENTIFICACION DE LOS COLORANTES DE LOS ALIMENTOS C17a-b

(a)

Sistemas solventes

Prepararlos de la forma siguiente:

(*a*) *n*-butanol: agua: ácido acético glacial (40: 24: 10).
(*b*) isobutanol: etanol: agua: amoníaco 0,880 (21: 14: 14: 0,5).
(*c*) 80 g de fenol en 20 g de agua.
(*d*) etil-metil-cetona: acetona: agua: amoníaco 0,880 (35: 15: 15: 0,1).
(*e*) etil-metil-cetona: acetona: agua (35: 15: 15).
(*f*) acetato de etilo: piridina: agua (33: 15: 12).
(*g*) 2 g de citrato trisódico en 100 ml de solución de amoníaco al 5 por ciento (v_o/v_o).
(*h*) 13 ml de ácido clorhídrico concentrado y 60 ml de agua destilada.

Aplicación de las muestras

Aplicar las soluciones problemas a 2 cm del borde inferior:

(*a*) material problema
(*b*) material problema más colorante control
(*c*) colorante control

Condiciones

Técnica: cromatografía ascendente.
Soporte: papel Whatman número 1.
Dimensiones del papel: 20 x 20 cm.
Tiempo de desarrollo: dejar que el frente del solvente recorra 12 cm por encima de la línea de aplicación.
Identificación: por cromatografía selectiva en los correspondientes solventes usando la posición de las manchas que se dan en la Fig. 2 e identificando por referencia a las Tablas III a V. En todos los casos el primer paso es la etapa de identificación para la elección de los solventes.

Mezclas de colorantes

Cromatografiar una banda de 10 x 1 cm de la solución colorante mixta en el solvente que indica más de un componente. Cortar las bandas de colorante y eluirlas con agua. Identificarlas por la posición con ayuda de las Tablas III a V.

Tabla III

Colorantes azules, verdes y negros

Etapa	*Control*	*Solvente*	*Advertencias*	*Verde rápido* FCF	*Verde pálido* SF *amarillento*
1	Verde S	D	Notas 8 y 9	Z[8]	Y[9]
2	Indigo carmín	E		X[5]	
3	Negro PN	G	Nota 10		
4	Verde S	E			
5	Azul brillante	C	Nota 11		Z
6	Azul VRS	B			
7	Verde guinea	F			

Tabla IV

Colorantes amarillos y anaranjados

Etapa	*Control*	*Solvente*	*Advertencias*	*Amarillo* 2G	*Amarillo* RFS	*Amarillo* RY	*Amarillo puesta de sol*
1	Amarillo 2G	D		Y	Y	Z	Y
2	Tartrazima	D				Z	
3	Amarillo RFS	G		X	Y		
4	Amarillo ácido	A	Notas 3, 4 y 5		X[5]		Z[5]
5	Amarillo puesta sol	H	Notas 6, y 13				Y
6	Amarillo naftol S	G	Notas 5 y 7				

Colorantes violetas

Etapa	*Control*	*Solvente*	*Advertencias*	*Violeta* 6 B	*Violeta* BNP
1	Violeta BNP	G	Nota 12	Z	Y

Tabla V

Colorantes rojos

Etapa	*Control*	*Solvente*	*Advertencias*	*Amaranto*	*Rojo* 6B	*Rojo* 10B	*Rojo* FB	*Rojo* 2G	*Rojo rápido* E
1	Rojo $2G_f$	E		Z	Z	Y	Y	Y	X
2	Amaranto	G	Efectuar etapa 3	Y	Y				
			Efectuar etapa 4	Y	Y				
3	Ponceau 4R	E							
4	Amaranto	E	Recorrido 15 cm	Y	X				
5	Rojo 2G	G	Nota 1			Z	01	Y	
6	Ponceau MX	B				Z			
7	Ponceau MX	G	Nota 2						
8	Ponceau SX	B							X
9	Rojo rápido E	G							Y

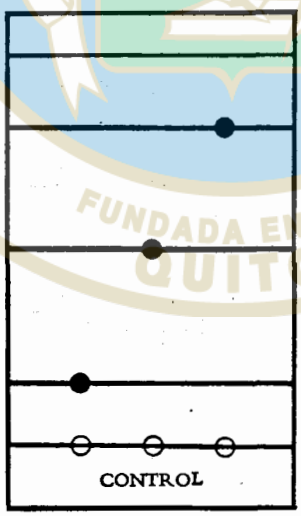
Verde S	*Verde Guinea*	*Azul brillante*	*Azul patente* V	*Azul* VRS	*Indigo carmín*	*Negro* 7984	*Negro* PN	*Etapa*
Y	X[9]	Y	X	X	Z	Z	Z	1
					Y	Z	Z	2
Z						Z	Y	3
		Z						4
		Y						5
	Y[9]		Z	Y				6
	Y[9]			Z				7

Amarillo ácido	*Tartrazina*	*Crisoina*	*Amarillo naftol* S	*Amarillo quinolina* S	*Anaranjado* G	*Anaranjado* GGN	*Anaranjado* RN	*Etapa*
Y	Z	Z	X	X	X	Y	X	1
	Y	X						2
Y								3
Y						Y		4
						Z		5
			Y	07	X		Z[5]	6

Colorantes marrones

Etapa	*Control*	*Solvente*	*Advertencias*	*Chocolate marrón* HT	*Chocolate marrón* FB	*Marrón* FK
1	Marrón FK	E		Z	Z	Y

Ponceau 3R	*Ponceau* 4R	*Ponceau* 6R	*Ponceau* MX	*Ponceau* SX	*Carmoi-i sina*	*Escarlata* GN	*Eritrosina*	*Etapa*
Y	Z	Z	Y	X	X	X	W	1
	X	X						2
	Y	Z						3
								4
Z			Z					5
Z			Y					6
Z			Y					7
				Y	Z	X		8
						X		9



POSICION "W"
FRENTE DEL SOLVENTE

POSICION "X"

POSICION "Y"
(Posición aproximada de la sustancia problema respecto al control i. e. ausencia de separación)

POSICION "Z"

POSICION "O" ORIGEN

Fig. 2. Posición de manchas reveladas sobre papel cromatográfico.

Notas:
1. Adquiere color malva cuando se moja con solvente.
2. Cromatografiar usando la técnica descendente durante cuatro a seis horas.
3. Cromatografiar usando la técnica descendente durante diecinueve a veinte horas.
4. Las manchas adquieren color anaranjado cuando se humedecen con solvente.
5. Las manchas aparecen amarillas.
6. Cromatografiar usando la técnica descendente durante dieciséis a diecisiete horas.
7. Las manchas aparecen amarillas.
8. Las manchas adquieren color azul cuando se mojan con solvente.
9. Las manchas desaparecen cuando se mojan.
10. Hacer un cromatograma ascendente de 18 cm en lugar de los 12 cm normales.
11. Hacer un cromatograma ascendente de 24 cm en lugar de los 12 cm (tiempo aproximado de dieciséis a diecisiete horas).
12. Cromatografiar usando la técnica descendente de 25 cm.
13. Al retirar el solvente colgar en atmósfera de amoníaco durante diez minutos.
14. Este método fué ideado por M. H. E. Griffiths de la British Food Manufacturing Industries Research Association y publicado en *J. Fd. Tech.*, 1966, *1*, 63-72.
15. Los detalles de la cromatografía en papel se dan en las páginas 245-247.

(b)

1. Realizar un examen en papel cromatográfico como se describe en C16a usando los solventes siguientes:
   A cloruro sódico al 2 por ciento en etanol del 50 por ciento
   B isobutanol: etanol: agua (1: 2: 1)
   C isobutanol: etanol: agua: amoníaco 0,880 (42: 28: 28: 1)
   D etil-metil-cetona: acetona: agua: amoníaco 0,880 (350: 150: 150: 1)
   E etil-metil-cetona: acetona: agua (7: 3: 3)
   F etil-acetato: piridina: agua (11: 5:3)
   G amoníaco 0,880 al 5 por ciento (v_o/v_o) al que se ha añadido citrato trisódico al 5 por ciento (p_o/v_o)
   H ácido clorhídrico concentrado: agua (6,5: 30)

COLOR, MEDIDA DEL C18a-d

(a)

1. Llenar el receptáculo de porcelana o cubeta de vidrio (si el producto es transparente) con la muestra y colocarla en el tintómetro Loviband-Schofield.
2. Reducir la iluminación del laboratorio sin dejarlo totalmente oscuro.
3. Manipulando los mandos portafiltros de dos de los tres vidrios coloreados (azul, rojo y amarillo) igualar el color de la muestra. Modificar el control de tono para que el ajuste sea perfecto. La elección de los dos colores generalmente se basa en el color de la muestra original.
4. Comprobar la lectura del color del patrón para cerciorarse de que la vista no se halla fatigada.
5. Anotar las lecturas del color rojo, amarillo (o azul).

Notas:
1. Los productos de tamaño o textura no uniforme o los que contienen otras sustancias alimenticias deben analizarse en el receptáculo de muestras rotatorio.
2. En el Capítulo 4 se hacen consideraciones generales sobre la determinación del color.

(b)

Soluciones de azúcar

1. Preparar una solución de azúcar o de jarabe de azúcar al 50 por ciento.
2. Ajustar el pH a 5,0 para invertir el jarabe de azúcar.
3. Colocar la solución en cubeta de 10 cm y comparar frente a agua destilada en un espectrofotómetro a 420 y 720 nm.

Notas:
1. Método de ICUMSA según H. S. de Whalley.
2. Indice de color $= 1000 \dfrac{(Ac_{420} - 2Ac_{720})}{bc}$

donde b = espesor de capa
c = concentración
Ac = atenuancia a la longitud de onda correspondiente.

(c)

1. Conectar el Medidor de Diferencia de Color de Gardner y esperar una hora para que se estabilicen las células fotoeléctricas.
2. Colocar el patrón previamente calibrado en el aparato y hacer las lecturas en el galvanómetro.

3. Mover el galvanómetro hacia la posición mínima y equilibrar la aguja del dial para usar el control Rd (L).
4. Repetir la etapa anterior con el galvanómetro en posición máxima.
5. Repetir para los controles "a" y "b".
6. Colocar la muestra en el recipiente de prueba de fondo plano manteniendo los líquidos o pulverizados en forma ópticamente clara.
7. Reajustar y anotar las lecturas.

Notas:

1. Los patrones pueden hacerse de plástico (son los preferidos) o de acero revestido de porcelana o bien adquiridos en el comercio con un amplio márgen de luminosidad y tonalidad. El Mansell Book of Colour contiene un modelo básico de referencias de 1,5 x 2 cm.
2. Cuando se sospeche que las variaciones en la textura de la muestra produce resultados no fiables será preciso tomar diferentes lecturas mientras que la muestra esté en rotación.

Tabla VI

Colores adicionales EEC

Núm. de serie FC	*Color*	*Indice de color, Núm.*	*Fluorescencia de la mancha bajo luz UV*	*Mancha desecada*	*Hidroxido sódico al 10 por ciento*	*Acido clorhídrico concentrado*
E104	Amarillo de quinolina	47005	–	Amarillo	Amarillo pálido	
E105	Amarillo rápido AB	13015	–	Amarillo brillante amarillo	Marrón pálido amarillo	Rojo brillante
E130	Azul solantreno RS (Indantreno azul, antraceno azul)	69800	–	Azul turquesa	Rosa	Amarillo muy pálido
	Azul brillante FCF	42090	–	Azul turquesa	Rosa	Amarillo pálido
	Violeta 6B	42640	–	Violeta	Casi incoloro	Incoloro
E180	Pigmento Rubina, Litol Rubina	15850	Rosa cuando se trata con ácido clorhídrico	rosaceo rojo	Rojo ladrillo	–
	Violeta de metilo	42535	–	Violeta	–	–
E181	Ocre oscuro	–	–	–	–	–

Tabla VII

Solventes adecuados para el desarrollo de los cromatogramas teñidos

Grupo de color	*Solvente*
Rojo	A, C, G
Amarillo anaranjado	D, G, H
Azul, violeta, verde	C, E, G
Marrón	B, D, E
Negro	E

Notas:

1. Referencia del método Pearson, D., 1973, *J. Assn. Pub. Abalysts, 11,* 127-134.
2. Las curvas espectrofométricas de cada uno de los colores se describen en el trabajo de Pearson *(loc. cit.)*.
3. Si existe el peligro de que el líquido gotee en el aparato debe colocarse un portaobjeto para cubrir el espacio abierto de la ranura.
4. A través de la abertura de inspección debe comprobarse que la muestra cubre la ranura de exposición.
5. Los líquidos espesos o intensamente coloreados deben diluirse al 10 por ciento de su intensidad antes de realizar las lecturas.
6. Las lecturas se expresan normalmente como valores R_d ó L y la relación permite obtener comparaciones útiles (ver pág. 262-263 para la descripción de diferentes escalas de color).
7. Para conseguir un campo visual uniforme en un producto texturado de espesor variable se coloca en su superficie una gruesa capa de glicerina.
8. Las diferencias en el tamaño de partícula o de gránulo producen variaciones en las lecturas del color.

(d)

Color

1. Macerar 0,5 g de muestra descortezada con 90 ml de agua destilada.
2. Transferir a un matraz volumétrico y diluir hasta la señal de enrase.
3. Mezclar.
4. Centrifugar y eliminar el líquido sobrenadante.
5. Transferir el líquido claro de la parte superior a la cubeta de un espectrofotómetro de absorción y determinar la densidad óptica a 330 nm.

COLOR, PRESENCIA DE C19a-b

(a)

1. Disolver 10 g de muestra en 200 ml de ácido sulfúrico al 1 por ciento.
2. Añadir una hebra de lana blanca de 30 cm de longitud y hervir la solución durante 30 minutos.
3. Despreciar el líquido, lavar y añadir 200 ml de agua destilada conteniendo unas gotas de amoníaco concentrado. Hervir durante treinta minutos.
4. Sacar la lana y tirarla.
5. Acidificar la solución con ácido clorhídrico concentrado.
6. Añadir una nueva hebra de lana blanca de 30 cm de longitud y hervir durante treinta minutos.
7. Sacar la lana e inspeccionar su color.

(b)

1. Tamizar la muestra y recoger el polvo.
2. Esparcir el polvo sobre un papel blanco semisatinado que previamente se ha estirado sobre una baldosa.
3. Triturar con la mano de un mortero o cualquier objeto similar.
4. Examinar el color utilizando una luz potente y una lupa.

COMPONENTES GRASOS C20

1. Triturar la muestra en un mortero:
2. Lavarla en un cartucho de Soxhlet utilizando éter de petróleo (60:80) y recoger los lavados en un matraz de Soxhlet previamente pesado.
3. Cerrar el cartucho con algodón.
4. Añadir más éter de petróleo al frasco y someter a reflujo durante tres horas.
5. Destilar el éter de petróleo en atmósfera de nitrógeno.
6. Pesar el residuo y disolverlo en éter de petróleo.
7. Examinar la muestra por cromatografía bidimensional en capa fina de la forma siguiente:

1ª dimensión

dimensiones de la placa: 20 x 20 cm.
soporte: sílica gel G.
solvente: éter dietílico: benceno: etanol: ácido acético (40: 50: 2: 0,2).
desecar en atmósfera de nitrógeno.

2ª dimensión

solvente: éter de petróleo: éter dietílico: ácido acético (90: 10: 1, v/v).

detección: ácido fosfomolíbdico al 5 por ciento en etanol del 90 por ciento.

comparación: sustancias puras conocidas.

Notas:

1. Referencia del método Dasgupta S. K. and J. Friend, 1973, *J. Sci. Fd Agric., 24,* 463-470.
2. La determinación de los componentes individuales puede realizarse por pulverización con acetato cúprico al 3 por ciento en ácido ortofosfórico al 8 por ciento, calentando a 180° C durante veinticinco minutos y comparando los resultados utilizando un fotodensitómetro de barrido automático. (M. E. Fewster *et al.*, 1969, *J. Chromat., 43,* 120).
3. El orden de la separación es monoglicéridos, diglicéridos, triglicéridos y esteroles.
4. Referencia de la técnica cromatográfica Freeman, C. P., 1966, *J. Lipid Res., 7,* 324.

COMPONENTES SOLIDOS DE LA YEMA DE HUEVO C21

1. Extraer a reflujo durante dos horas 10 g de muestra en aparato de Soxhlet usando 100 ml de metanol puro.
2. Decantar y añadir otros 100 ml de metanol puro. Extraer a reflujo durante dos horas.
3. Combinar las fracciones metanólicas. Evaporar a sequedad.
4. Realizar una determinación de fósforo según se detalla en la sección correspondiente.

Nota: Componentes sólidos de la yema de huevo = P_2O_5 x 56. Huevo en polvo = componentes sólidos de la yema de huevo x 1,48.

COMPOSICION EN ACEITES ESENCIALES C22a-b

(a)

Examen por cromatografía de gases (ver pág. 249)

Operar en las condiciones siguientes:

Longitud de la columna: 215 cm.
Diámetro de la columna: 0,6 cm.

Relleno: diacetato de sacarosa hexa isobutirato (SAIB) 20 p. depositada en solución etanólica sobre celita de 60-80 mallas (80 p.).
Longitud efectiva de la columna: 200 cm.
Gas portador: helio, presión de entrada 1,24 x 10^5 Nm^{-2}.
Volumen de muestra: 2 a 5 x 10^{-3} ml.
Método de inyección: microjeringa.
Temperatura de la columna: 170° C ± 2° C.
Velocidad de flujo: 75 (± 5) ml min^{-1}.
Detector: alambre caliente.
Comparación: frente a trazas de muestras puras conocidas.

Nota: Adaptado de Smith, D. L. and L. Levi, *J. Agric. Fd. Chem.*, 1961, *9*, 230-44.

(b)

Relleno de la columna	: Apiezon L al 20 por ciento en Chromosorb
Gas portador	: Hidrógeno
Flujo del gas	: 45 ml min^{-1}
Temperatura de la columna	: 210° C
Temperatura de inyección	: 340° C
Detección	: cubeta de conductividad térmica

Notas:
1. Los aromas detectados por olfación deben anotarse en el registro a intervalos de 20 segundos, o en menos tiempo si es necesario, al objeto de complementar la información del registro.
2. Los componentes de alto punto de ebullición pueden no eluirse y en consecuencia permanecen indetectables con las técnicas de GLC.
3. Para analizar los gases del espacio de cabeza en los envases puede usarse una jeringa hipodérmica hermética.

COMPOSICION EN GLICERIDOS C23

Examen por cromatografía en capa fina (ver pág. 247)

Cualitativo

Soporte: 30 g de sílica gel G en 60 ml de solución de nitrato de plata al 12,5 por ciento.
Dimensiones de la placa: 20 x 20 cm.

Espesor de la capa: 400 μm.
Desecación: a temperatura ambiente.
Concentración de la solución problema: al 0,5 por ciento en cloroformo.
Solvente: tetracloruro de carbono: cloroformo: ácido acético: etanol (40: 60: 0,5: 0,5).
Equilibrio: durante la noche.
Recorrido: 12 cm.
Revelado: solución etanólica de dibromo R fluoresceína al 0,2 por ciento.
Examen: con luz UV.

Cuantitativo

Revelador (pulverización): solución acuosa de ácido ortofosfórico al 50 por ciento.
Calentamiento: a 350° C durante treinta minutos.
Determinación: con densitómetro.
Calibración: frente a manchas de concentración conocida.

Nota: Ver también los métodos descritos en E5.

CONSERVADORES C24a-b

(a)

Extracción

1. Acidificar con ácido clorhídrico una solución del producto alimenticio preparada con la menor cantidad posible de agua destilada.
2. Extraer la solución con igual cantidad de mezcla de éter dietílico: éter de petróleo (50: 50).
3. Purificar el extracto de la mezcla de éter lavándolo en embudo de separación con álcali débil (2 M).
4. Acidificar el extracto alcalino con ácido clorhídrico 2 M y reextraer con igual volumen de la mezcla de éter.
5. Reducir la solución etérea a un pequeño volumen utilizando un evaporador rotatorio.

(b)

Detección

Método: cromatografía en capa fina (vér pág. 247).
Solución problema: la preparada.

Sistema solvente: butanol saturado de amoníaco 2 M.
Soporte: sílica gel G.
Espesor de capa: 250 nm.
Tipo de placa: 20 x 20 cm de latón cromado.
Condiciones de activación: treinta minutos a 100° C.
Volumen de muestra: 20 x 10^{-3} ml.
Recorrido del solvente: 12 cm.
Condiciones de desecación: aire seco.
Detección: elevar la temperatura lentamente sobre una placa caliente.
Los conservadores subliman a diversas temperaturas.

Notas:
1. Basado en el trabajo de Cavello M. and O. Schettino, Symp. Instato Superioredi Sanita, Rome, May 1963.
2. Los valores R_f y las temperaturas de sublimación son las siguientes:

Compuesto	R_f	*Temperatura de sublimación* °C
ácido sórbico	0,23	55
ácido dehidroacético	0,27	60
ácido benzoico	0,24	60
ácido *p*-hidroxibenzoico	0,12	80
ácido *p*-clorobenzoico	0,24	80
ácido salicílico	0,53	76
ácido cinnámico	0,43	90
metil-*p*-hidroxibenzoato	0,66	70
propil hidroxibenzoato	0,67	70

CONTAJE DE PARTICULAS OSCURAS C25

1. Reconstituir muestras de 50 g. del producto deshidratado.
2. Visualmente contar el número de partículas oscuras existentes en la superficie.
3. Expresar el resultado en número de partículas oscuras por 100 g de muestra.

CONTENIDO EN ALCOHOL C26

1. Pesar una muestra de 100,0 g y añadir 50 ml de agua destilada.
2. Destilar y recoger cerca de 100 ml de solución. Diluir a un volumen final de 100,0 ml en matraz aforado a 20° C.
3. Enfriar la solución a 15°C.

4. Medir el peso específico de la solución a 20° C usando un picnómetro.
5. Calcular el contenido en alcohol haciendo uso de las cifras que figuran en la Tabla VIII.

Nota: La descripción del método para determinar el peso específico figura en el método P3a.

CONTENIDO EN AZUCAR C27

(a)

1. Preparar una muestra de tamaño apropiado.
2. Pasar la muestra por una picadora y recoger el líquido que pueda librarse. Mezclar perfectamente.
3. Pesar 100 g de muestra en vaso de precipitados de 250 ml y añadir 50 ml de agua.
4. Agitar. Exprimir comprimiendo para separar el líquido.
5. Determinar el contenido en azucar reductor antes y después de la inversión como se describe en los métodos C28a y C28b.

(b)

1. Dispersar 5 g de muestra en 80 ml de etanol al 60 por ciento y calentar a reflujo durante una hora.
2. Enfriar y diluir a 100 ml después de filtrar.
3. Determinar el contenido en azúcar reductor por el método de Luff sobre la solución invertida (métodos C28b y S2).

(c)

1. Tomar porciones de muestra del centro del producto y picar hasta reducir considerablemente el tamaño de partícula.
2. Homogeneizar 10 g de muestra picada con 40 ml de etanol al 50 por ciento.
3. Transferir a un matraz de 250 ml. con ayuda de 60 ml de etanol al 50 por ciento. Añadir 2 g de carbonato cálcico y calentar a reflujo sobre baño de vapor durante dos horas.
4. Enfriar y transferir a matraz volumétrico de 250 ml con ayuda de etanol del 95 por ciento. Diluir hasta la señal de enrase.
5. Tomar con pipeta 25 ml y evaporar a sequedad.
6. Arrastrar el residuo con agua destilada a un matraz volumétrico de 100 ml y clarificar con acetato de plomo. Enrasar.
7. Filtrar y añadir suficiente cantidad de carbonato sódico anhidro para precipitar el plomo.

Tabla VIII
Porcentaje de etanol, en volumen, a 15,56° C según el peso específico aparente, a 20° C

Peso específico	*Por ciento*	*Peso específico*	*Por ciento*	*Peso específico*	*Por ciento*
1.0000	0.00	0.9954	3.12	0.9908	6.49
0.9999	0.07	0.9953	3.19	0.9907	6.57
0.9998	0.13	0.9952	3.26	0.9906	6.65
0.9997	0.20	0.9951	3.33	0.9905	6.73
0.9996	0.26	0.9950	3.40	0.9904	6.80
0.9995	0.33	0.9949	3.47	0.9903	6.88
0.9994	0.40	0.9948	3.54	0.9902	6.96
0.9993	0.46	0.9947	3.61	0.9901	7.04
0.9992	0.53	0.9946	3.68	0.9900	7.12
0.9991	0.60	0.9945	3.76	0.9899	7.19
0.9990	0.66	0.9944	3.83	0.9898	7.27
0.9989	0.73	0.9943	3.90	0.9897	7.35
0.9988	0.80	0.9942	3.97	0.9896	7.43
0.9987	0.87	0.9941	4.04	0.9895	7.51
0.9986	0.93	0.9940	4.11	0.9894	7.59
0.9985	1.00	0.9939	4.18	0.9893	7.67
0.9984	1.07	0.9938	4.26	0.9892	7.75
0.9983	1.14	0.9937	4.33	0.9891	7.82
0.9982	1.20	0.9936	4.40	0.9890	7.90
0.9981	1.27	0.9935	4.48	0.9889	7.98
0.9980	1.34	0.9934	4.55	0.9888	8.06
0.9979	1.41	0.9933	4.62	0.9887	8.15
0.9978	1.48	0.9932	4.69	0.9886	8.23
0.9977	1.54	0.9931	4.77	0.9885	8.31
0.9976	1.61	0.9930	4.84	0.9884	8.39
0.9975	1.68	0.9929	4.91	0.9883	8.47
0.9974	1.75	0.9928	4.98	0.9882	8.55
0.9973	1.81	0.9927	5.06	0.9881	8.63
0.9972	1.88	0.9926	5.13	0.9880	8.71
0.9971	1.95	0.9925	5.21	0.9879	8.79
0.9970	2.02	0.9924	5.28	0.9878	8.88
0.9969	2.09	0.9923	5.36	0.9877	8.96
0.9968	2.15	0.9922	5.43	0.9876	9.04
0.9967	2.22	0.9921	5.51	0.9875	9.13
0.9966	2.29	0.9920	5.58	0.9874	9.21
0.9965	2.37	0.9919	5.66	0.9873	9.29
0.9964	2.43	0.9918	5.73	0.9872	9.38
0.9963	2.50	0.9917	5.81	0.9871	9.46
0.9962	2.57	0.9916	5.88	0.9870	9.54
0.9961	2.64	0.9915	5.96	0.9869	9.62
0.9960	2.70	0.9914	6.03	0.9668	9.70
0.9959	2.77	0.9913	6.11	0.9867	9.79
0.9958	2.84	0.9912	6.18	0.9866	9.87
0.9957	2.91	0.9911	6.23	0.9865	9.95
0.9956	2.98	0.9910	6.34	0.9864	10.03
0.9955	3.05	0.9909	6.41		

Ref. Bull. Nat. Bur. Standards, **9**, 3

8. Filtrar.
9. Diluir 50 ml de filtrado a 200 ml en matraz volumétrico y determinar el contenido en azúcar reductor, antes y después de la inversión, con la solución de Luff.

(d)

1. Picar toda la muestra.
2. Pesar 10 g de material picado en vaso de precipitados de 50 ml y añadir 30 ml de etanol al 70 por ciento. Agitar con varilla de vidrio.
3. Transferir la mezcla a un cartucho de extracción de 50 ml de capacidad hecho con papel de filtro Whatman número 42. Permitir que la muestra filtre y recoger el filtrado en un erlenmeyer de 150 ml. Continuar lavando el residuo con otros 50 ml de etanol al 70 por ciento.
4. Cuando deje de gotear tapar el cartucho con lana de vidrio.
5. Conectar el aparato de Soxhlet y calentar a reflujo durante una hora con etanol al 70 por ciento.
6. Destilar el alcohol hasta que quede un pequeño volumen y lavar el líquido remanente a un matraz de 100 ml con ayuda de 30 ml de agua destilada.
7. Añadir 6 ml de ácido clorhídrico concentrado y mantener durante diez minutos a 60° C. Neutralizar.
8. Realizar una determinación de azúcar reductor como se describe en el método C28a ó C28b.

Nota:
1. El método para la inversión se describe bajo el encabezamiento Sacarosa, Método S2.
2. El método de Luff para la determinación de azúcar reductor se describe en el método C28b.

CONTENIDO EN AZUCARES REDUCTORES C28a-b

(a)

1. Pipetar cantidades iguales de 50 ml de la solución A de Fehling y de la solución B de Fehling a un erlenmeyer de 150 ml con tapón. Agitar para mezclar.
2. Preparar una solución problema de la muestra. Una concentración normalmente adecuada es al 1 por ciento, pero la concentración de la solución puede modificarse considerablemente teniendo en cuenta los resultados de la determinación preliminar. Por esta razón, es mejor preparar una solución madre al 20 por ciento y las restantes soluciones por dilución de alícuotas apropiadas.

3. Colocar la solución preparada en una bureta de 50 ml que ha sido modificada para que el vertido sea rápido.
4. Pipetar una cantidad de 10 ó 25 ml de la solución mixta de Fehling y colocarla en un erlenmeyer de 250 ml.
5. Añadir con la bureta 15 ml de la solución problema y añadir también al erlenmeyer una pequeña cantidad de piedra pómez.
6. Colocar mátraz y contenido sobre una fuente de calor y poner en marcha un cronómetro tan pronto como la solución comience a hervir.
7. Transcurridos un minuto y cincuenta y cinco segundos de ebullición añadir tres gotas de indicador azul de metileno.
8. Comenzar la titulación añadiendo volúmenes de 0,5 ml cada dos segundos. Impedir que la solución deje de hervir.
9. Cuando se aproxime al punto final se observa una clara coloración rojiza. En este momento reducir el ritmo de las adiciones a 0,1 ml $seg.^{-1}$.
10. Como punto final debe tomarse la aparición de color rojo brillante del óxido de cobre en solución.
11. Repetir la titulación añadiendo de una vez todo el volumen gastado inicialmente en la titulación menos 0,5 ml. Titular a un ritmo de 0,05 ml cada 10 segundos. El punto final debe alcanzarse en un periodo de ebullición de tres a cuatro minutos.

Notas:

1. Inicialmente es algo difícil advertir el punto final y por ello es recomendable practicar previamente con una solución cuyo contenido en azúcar reductor se conoce.
2. La solución de Fehling A se prepara de la forma siguiente: Disolver 69,3 g de sulfato de cobre ($5H_2O$) p.a., en agua destilada hervida. Añadir 1 ml de ácido sulfúrico 1 M y diluir a un litro en matraz volumétrico.
   La solución de Fehling B se prepara de la forma siguiente: disolver 346 g de tartrato sódico potásico y 100 g de hidróxido sódico en agua destilada hervida. Diluir a un litro.
   Las soluciones A y B de Fehling pueden adquirirse ya preparadas.
3. El error probable de las soluciones de Fehling es el mismo que el de otras soluciones patrón. Cada vez que vuelvan a prepararse nuevas soluciones éstas deben comprobarse frente a una solución patrón de azúcar invertido. Esta se prepara invirtiendo 9,5 g de sacarosa de la forma como se describe para la determinación de sacarosa en el método S2. Es por tanto preciso aplicar un factor a todas las titulaciones realizadas con una solución dada de Fehling.

4. Los factores para los diversos azúcares se indican en las Tablas IX-XIII.

5. $$\text{mg de azúcar en 1 ml} = \frac{\text{factor de la tabla x 100}}{\text{título}}$$

6. Referencia del método, Lane, J. H. y L. Eynon, *J. Soc. Chem. Ind.*, 1923, *42*, 32-7T.
7. El equivalente en dextrosa (E.D.) del jarabe de glucosa comercial es igual al contenido en azúcar reductor, expresado en dextrosa, calculado sobre la base de la materia sólida. Es decir

$$\text{E. D.} = \frac{\text{contenido en azúcar reductor expresado en dextrosa x 100}}{\text{sólidos totales}}$$

(b)

Método de Luff Schorl

1. Pipetar 25,0 ml de solución clarificada, conteniendo de 10 a 60 mg de azúcar invertido, en matraz de fondo plano de 250 ml. Añadir algunas perlas de vidrio.
2. Añadir 25,0 ml de solución de Luff preparada de la forma siguiente:
   Disolver 50 g de ácido cítrico en 50 ml de agua destilada y añadir a una solución de 125 g de carbonato sódico cristalizado en 110 ml de agua destilada. Agitar hasta que deje de liberarse ácido carbónico. Verter la solución mixta en una mezcla enfriada de 263 g de carbonato sódico cristalizado disueltos en 250 ml de agua destilada caliente. Añadir a esta solución mixta una solución preparada disolviendo 25 g de sulfato de cobre cristalino en 100 ml de agua destilada. Después de enfriar diluir a un litro.
3. Conectar el matraz a un condensador de reflujo, poner en ebullición la solución en menos de dos minutos y dejar a reflujo durante exactamente diez minutos.
4. Enfriar matraz y contenido en corriente de agua fría durante cinco minutos.
5. Añadir 3 g de yoduro potásico, 25 ml de ácido sulfúrico al 20 por ciento (añadir ésta lentamente) y 10 ml de agua destilada.
6. Agitar hasta que cese la formación de espuma y titular inmediatamente con tiosulfato sódico 0,1 M usando solución de almidón recientemente preparada.
7. Titular hasta aparición de color amarillo crema.
8. Deducir la titulación en blanco obtenida con 25 ml de agua destilada.

Notas:

1. Los mg de azúcar reductor presente en la solución vienen dados en la Tabla XIV.
2. Referencia del método, Luff, G. y N. Schorl, *Handboek Methoden van Ondzoek by de Java Suiker industrie*, 1931.

Tabla IX

Azucar invertido por cada 10 ml de solución de Fehling

ml de solución de azucar requeridos	*Soluciones que contienen entre otros, azúcar invertido*							
	Sin sacarosa		*1 g de sacarosa por 100 ml*		*5 g de sacarosa por 100 ml*		*10 g de sacarosa por 100 ml*	
	Factor para el azúcar invertido*	*mg de azúcar invertido por 100 ml*	*Factor* para el azúcar invertido*	*mg de azúcar invertido por 100 ml*	*Factor* para el azúcar invertido*	*mg de azúcar invertido por 100 ml*	*Factor* para el azúcar invertido*	*mg de azúcar invertido por 100 ml*
15	50.5	336	49.9	333	47.6	317	46.1	307
16	50.6	316	50.0	312	47.6	297	46.1	288
17	50.7	298	50.1	295	47.6	280	46.1	271
18	50.8	282	50.1	278	47.6	264	46.1	256
19	50.8	267	50.2	264	47.6	250	46.1	243
20	50.9	254.5	50.2	251.0	47.6	238.0	46.1	230.5
21	51.0	242.9	50.2	239.0	47.6	226.7	46.1	219.5
22	51.0	231.8	50.3	228.2	47.6	216.4	46.1	209.5
23	51.1	222.2	50.3	218.7	47.6	207.0	46.1	200.4
24	51.2	213.3	50.3	209.8	47.6	198.3	46.1	192.1
25	51.2	204.8	50.4	201.6	47.6	190.4	46.0	184.0
26	51.3	197.4	50.4	193.8	47.6	183.1	46.0	176.9
27	51.4	190.4	50.4	186.7	47.6	176.4	46.0	170.4
28	51.4	183.7	50.5	180.2	47.7	170.3	46.0	164.3
29	51.5	177.6	50.5	174.1	47.7	164.5	46.0	158.6
30	51.5	171.7	50.5	168.3	47.7	159.0	46.0	153.1
31	51.6	166.3	50.6	163.1	47.7	153.9	45.9	148.3
32	51.6	161.2	50.6	158.1	47.7	149.1	45.9	143.4
33	51.7	156.6	50.6	153.3	47.7	144.5	45.9	139.1
34	51.7	152.2	50.6	148.9	47.7	140.3	45.8	134.9
35	51.8	147.9	50.7	144.7	47.7	136.3	45.8	130.9
36	51.8	143.9	50.7	140.7	47.7	132.5	45.8	127.1
37	51.9	140.2	50.7	137.0	47.7	128.9	45.7	123.5
38	51.9	136.6	50.7	133.5	47.7	125.5	45.7	120.3
39	52.0	133.3	50.8	130.2	47.7	122.3	45.7	117.1
40	52.0	130.1	50.8	127.0	47.7	119.2	45.6	114.1
41	52.1	127.1	50.8	123.9	47.7	116.3	45.6	111.2
42	52.1	124.2	50.8	121.0	47.7	113.5	45.6	108.5
43	52.2	121.4	50.8	118.2	47.7	110.9	45.5	105.8
44	52.2	118.7	50.9	115.6	47.7	108.4	45.5	103.4
45	52.3	116.1	50.9	113.1	47.7	106.0	45.4	101.0
46	52.3	113.7	50.9	110.6	47.7	103.7	45.4	98.7
47	52.4	111.4	50.9	108.2	47.7	101.5	45.3	96.4
48	52.4	109.2	50.9	106.0	47.7	99.4	45.3	94.3
49	52.5	107.1	51.0	104.0	47.7	97.4	45.2	92.3
50	52.5	105.1	51.0	102.0	47.7	95.4	45.2	90.4

* mg de azúcar invertido correspondiente a 10 ml de solución de Fehling.

Tabla X

Azúcar invertido por cada 25 ml de solución de Fehling

ml de solución de azúcar requeridos	*Soluciones que contienen, entre otros, azúcar invertido*			
	Sin sacarosa		*por 100 ml 1 g de sacarosa*	
	Factor para el azúcar invertido*	*mg de azúcar invertido por 100 ml*	*Factor* para el azúcar invertido*	*mg de azúcar invertido por 100 ml*
15	123.6	824	122.6	817
16	123.6	772	122.7	767
17	123.6	727	122.7	721
18	123.7	687	122.7	682
19	123.7	651	122.8	646
20	123.8	619.0	122.8	614.0
21	123.8	589.5	122.8	584.8
22	123.9	563.2	122.9	558.2
23	123.9	538.7	122.9	534.0
24	124.0	516.7	122.9	512.1
25	124.0	496.0	123.0	492.0
26	124.1	477.3	123.0	473.1
27	124.1	459.7	123.0	455.6
28	124.2	443.6	123.1	439.6
29	124.2	428.3	123.1	424.4
30	124.3	414.3	123.1	410.4
31	124.3	401.0	123.2	397.4
32	124.4	388.7	123.2	385.0
33	124.4	377.0	123.2	373.4
34	124.5	366.2	123.3	362.6
35	124.5	355.8	123.3	352.3
36	124.6	346.1	123.3	342.5
37	124.6	336.8	123.4	333.5
38	124.7	328.1	123.4	324.7
39	124.7	319.7	123.4	316.4
40	124.8	311.9	123.4	308.6
41	124.8	304.4	123.5	301.2
42	124.9	297.3	123.5	294.1
43	124.9	290.5	123.5	287.3
44	125.0	284.1	123.6	280.9
45	125.0	277.9	123.6	247.7
46	125.1	272.0	123.6	268.7
47	125.1	266.3	123.7	263.1
48	125.2	260.8	123.7	257.7
49	125.2	255.5	123.7	252.5
50	125.3	250.6	123.8	247.6

*mg de azúcar invertido que corresponden a 25 ml de solución de Fehling.

Contenido de dextrosa y levulosa determinado con solución de Fehling

ml de solución de azúcar requeridos	DEXTROSA *(Todas las cifras se refieren a dextrosa anhidra)*				*ml de solución de azúcar requeridos*	LEVULOSA *(Todas las cifras se refieren a levulosa anhidra)*			
	Por 10 ml de solución de Fehling		*Por 25 ml de solución de Fehling*			*Por 10 ml de solución de Fehling*		*Por 25 ml de solución de Fehling*	
	Factor para la dextrosa*	*mg de dextrosa por 100 ml*	*Factor† para la dextrosa*	*mg de dextrosa por 100 ml*		*Factor* para la levulosa*	*mg de levulosa por 100 ml*	*Factor† para la levulosa*	*mg de levulosa por 100 ml*
15	49.1	327	120.2	801	15	52.2	348	127.4	849
16	49.2	307	120.2	751	16	52.3	327	127.4	796
17	49.3	289	120.2	707	17	52.3	308	127.5	750
18	49.3	274	120.2	668	18	52.4	291	127.5	708
19	49.4	260	120.3	633	19	52.5	276	127.6	672
20	49.5	247.4	120.3	601.5	20	52.5	262.5	127.6	638.0
21	49.5	235.8	120.3	572.9	21	52.6	250.6	127.7	608.1
22	49.6	225.5	120.4	547.3	22	52.7	239.6	127.7	580.6
23	49.7	216.1	120.4	523.6	23	52.7	229.1	127.8	555.5
24	49.8	207.4	120.5	501.9	24	52.8	220.0	127.8	532.5
25	49.8	199.3	120.5	482.0	25	52	211.3	127.9	511.5
26	49.9	191.8	120.6	463.7	26	52.9	203.3	127.9	491.9
27	49.9	184.9	120.6	446.8	27	52.9	196.0	128.0	474.0
28	50.0	178.5	120.7	431.1	28	53.0	189.3	128.0	457.2
29	50.0	172.5	120.7	416.4	29	53.1	183.0	128.1	441.6
30	50.1	167.0	120.8	402.7	30	53.2	177.2	128.1	427.0
31	50.2	161.8	120.8	389.7	31	52.3	171.7	128.1	413.3
32	50.2	156.9	120.8	377.6	32	53.3	166.5	128.2	400.5
33	50.3	152.4	120.9	366.3	33	53.3	161.6	128.2	388.5
34	50.3	148.0	120.9	355.6	34	53.4	157.0	128.3	377.3
35	50.4	143.9	121.0	345.6	35	53.4	152.6	128.3	366.7
36	50.4	140.0	121.0	336.3	36	53.5	148.6	128.4	456.6
37	50.5	136.4	121.1	327.4	37	53.5	144.7	128.4	347.0
38	50.5	132.9	121.2	318.8	38	53.6	140.9	128.5	338.1
39	50.6	129.6	121.2	310.7	39	53.6	137.3	128.5	329.6
40	50.6	126.5	121.2	303.1	40	53.6	134.0	128.6	321.5
41	50.7	123.6	121.3	295.9	41	53.7	130.9	128.6	313.7
42	50.7	120.8	121.4	289.0	42	53.7	127.9	128.6	306.2
43	50.8	118.1	121.4	282.4	43	53.8	125.1	128.7	299.2
44	50.8	115.5	121.5	276.1	44	53.8	122.4	128.7	292.5
45	50.9	113.0	121.5	270.1	45	53.9	119.8	128.8	285.2
46	50.9	110.6	121.6	264.3	46	53.9	117.2	128.8	280.0
47	51.0	108.4	121.6	258.8	47	53.9	114.7	128.9	274.2
48	51.0	106.2	121.7	253.5	48	54.0	112.4	128.9	268.6
49	51.0	104.1	121.7	248.4	49	54.0	110.2	129.0	263.2
50	51.1	102.2	121.8	243.6	50	54.0	108.0	129.0	258.0

*Mg de dextrosa que corresponden a 10 ml de solución de Fehling.

† mg de dextrosa que corresponden a 25 ml de solución de Fehling.

*mg de levulosa que corresponden a 10 ml de solución de Fehling.

†mg de levulosa que corresponden a 25 ml de solución de Fehling.

Tabla XII

Contenido de lactosa determinado con solución de Fehling

ml de solución de azúcar requerida	*Para 10 ml de solución de Fehling*				*Para 25 ml de solución de Fehling*			
	Lactosa hidratada $C_{12}H_{22}O_{11}, H_2O$		*Lactosa anhidra* $C_{12}H_{22}O_{11}$		*Lactosa hidratada* $C_{12}H_{22}O_{11}, H_2O$		*Lactosa anhidra* $C_{12}H_{22}O_{11}$	
	*Factor**	*mg por 100 ml*	*Factor**	*mg por 100 ml*	*Factor†*	*mg por 100 ml*	*Factor†*	*mg por 100 ml*
15	81.3	542	77.2	515	208.2	1388	197.8	1319
16	81.2	507	77.1	482	207.8	1298	197.4	1233
17	81.1	477	77.0	453	207.4	1220	197.0	1159
18	81.0	450	77.0	427	207.1	1151	196.7	1093
19	80.9	426	76.9	405	206.8	1088	196.5	1034
20	80.8	404.0	76.8	383.8	206.5	1032.3	196.2	980.7
21	80.7	384.3	76.7	365.1	206.1	981.6	195.8	932.5
22	80.6	366.4	76.6	348.1	205.8	935.5	195.5	888.7
23	80.5	350.0	76.5	332.5	205.4	893.2	195.1	848.5
24	80.4	335.0	76.4	318.3	205.1	854.5	194.8	811.8
25	80.4	321.5	76.4	305.4	204.8	819.0	194.5	778.1
26	80.3	308.8	76.3	293.4	204.4	786.3	194.2	747.0
27	80.2	297.0	76.2	282.2	204.1	756.0	193.9	718.2
28	80.1	286.1	76.1	271.8	203.8	727.9	193.6	691.5
29	80.0	276.0	76.0	262.2	203.5	701.7	193.3	666.6
30	80.0	266.6	76.0	253.3	203.2	677.3	193.0	643.4
31	79.9	257.8	75.9	244.9	202.9	654.3	192.8	621.6
32	79.9	249.7	75.9	237.2	202.6	633.1	192.5	601.4
33	79.8	241.9	75.8	229.8	202.3	613.0	192.2	582.4
34	79.8	234.6	75.8	222.9	202.0	594.3	191.9	564.6
35	79.7	227.6	75.7	216.2	201.8	576.5	191.7	547.7
36	79.6	221.1	75.6	210.0	201.5	559.7	191.4	531.7
37	79.6	215.0	75.6	204.3	201.2	543.9	191.2	516.7
38	79.5	209.2	75.5	198.7	201.0	528.9	191.0	502.5
39	79.5	203.8	75.5	193.6	200.8	514.7	190.8	489.0
40	79.4	198.8	75.4	188.6	200.5	501.3	190.5	476.2
41	79.4	193.7	75.4	184.3	200.3	488.5	190.3	464.1
42	79.3	188.8	75.3	179.4	200.1	476.3	190.1	452.5
43	79.3	184.3	74.3	175.1	199.8	464.7	189.8	441.5
44	79.2	180.0	75.2	171.0	199.6	453.6	189.6	430.9
45	79.2	175.9	75.2	167.1	199.4	443.0	189.4	420.9
46	79.1	172.0	75.1	163.4	199.2	433.1	189.2	411.4
47	79.1	168.3	75.1	169.9	199.0	423.6	189.0	402.4
48	79.1	164.2	75.1	156.5	198.9	414.4	188.9	393.7
49	79.0	161.2	75.0	153.1	198.7	405.5	188.8	385.2
50	79.0	158.0	75.0	150.1	198.6	397.2	188.7	377.3

*Mg de lactosa que corresponden a 10 ml de solución de Fehling.

† mg de lactosa que corresponden a 25 ml de solución de Fehling.

Tabla XIII

Contenido de maltosa determinado con solución de Fehling

Tabla XIII

Contenido de maltosa determinado con solución de Fehling

ml de solución de azúcar requerida	*Para 10 ml de solución de Fehling*				*Para 25 ml de solución de Fehling*			
	Maltosa hidratada $C_{12}H_{22}O_{11}, H_2O$		*Maltosa anhidra* $C_{12}H_{22}O_{11}$		*Maltosa hidratada* $C_{12}H_{22}O_{11}, H_2O$		*Maltosa anhidra* $C_{12}H_{22}O_{11}$	
	*Factor**	*mg por 100 ml*	*Factor**	*mg por 100 ml*	*Factor†*	*mg por 100 ml*	*Factor†*	*mg por 100 ml*
15	81.3	542	77.2	515	208.2	1388	197.8	1319
16	81.2	507	77.1	482	207.8	1298	197.4	1233
17	81.1	477	77.0	453	207.4	1220	197.0	1159
18	81.0	450	77.0	427	207.1	1151	196.7	1093
19	80.9	426	76.9	405	206.8	1088	196.5	1034
20	80.8	404.0	76.8	383.8	206.5	1032.3	196.2	980.7
21	80.7	384.3	76.7	365.1	206.1	981.6	195.8	932.5
22	80.6	366.4	76.6	348.1	205.8	935.5	195.5	888.7
23	80.5	350.0	76.5	332.5	205.4	893.2	195.1	848.5
24	80.4	335.0	76.4	318.3	205.1	854.5	194.8	811.8
25	80.4	321.5	76.4	305.4	204.8	819.0	194.5	778.1
26	80.3	308.8	76.3	293.4	204.4	786.3	194.2	747.0
27	80.2	297.0	76.2	282.2	204.1	756.0	193.9	718.2
28	80.1	286.1	76.1	271.8	203.8	727.9	193.6	691.5
29	80.0	276.0	76.0	262.2	203.5	701.7	193.3	666.6
30	80.0	266.6	76.0	253.3	203.2	677.3	193.0	643.4
31	79.9	257.8	75.9	244.9	202.9	654.3	192.8	621.6
32	79.9	249.7	75.9	237.2	202.6	633.1	192.5	601.4
33	79.8	241.9	75.8	229.8	202.3	613.0	192.2	582.4
34	79.8	234.6	75.8	222.9	202.0	594.3	191.9	564.6
35	79.7	227.6	75.7	216.2	201.8	576.5	191.7	547.7
36	79.6	221.1	75.6	210.0	201.5	559.7	191.4	531.7
37	79.6	215.0	75.6	204.3	201.2	543.9	191.2	516.7
38	79.5	209.2	75.5	198.7	201.0	528.9	191.0	502.5
39	79.5	203.8	75.5	193.6	200.8	514.7	190.8	489.0
40	79.4	198.8	75.4	188.6	200.5	501.3	190.5	476.2
41	79.4	193.7	75.4	184.3	200.3	488.5	190.3	464.1
42	79.3	188.8	75.3	179.4	200.1	476.3	190.1	452.5
43	79.3	184.3	74.3	175.1	199.8	464.7	189.8	441.5
44	79.2	180.0	75.2	171.0	199.6	453.6	189.6	430.9
45	79.2	175.9	75.2	167.1	199.4	443.0	189.4	420.9
46	79.1	172.0	75.1	163.4	199.2	433.1	189.2	411.4
47	79.1	168.3	75.1	169.9	199.0	423.6	189.0	402.4
48	79.1	164.2	75.1	156.5	198.9	414.4	188.9	393.7
49	79.0	161.2	75.0	153.1	198.7	405.5	188.8	385.2
50	79.0	158.0	75.0	150.1	198.6	397.2	188.7	377.3

*mg de maltosa que corresponden a 10 ml de solución de Fehling.

† mg de maltosa que corresponden a 25 ml de solución de Fehling.

Tabla XIV

Factores para las determinaciones de Luff Schorl

Título = ml de tiosulfato sódico 0,1 molar, F = mg de fructosa, G = mg de glucosa, L = mg de lactosa, M = mg de maltosa.

Título	F&G	L	M	*Título*	F&G	L	M	*Título*	F&G	L	M	*Título*	F&G	L	M	*Título*	F&G	L	M	*Título*	F&G	L	M
1.0	2.4	3.6	3.9	5.0	12.2	18.4	19.6	9.0	22.4	33.2	35.5	13.0	33.0	48.4	51.6	17.0	44.2	63.8	68.0	21.0	56.0	79.8	85.4
1.1	2.6	4.0	4.3	5.1	12.5	18.8	20.0	9.1	22.7	33.6	35.9	13.1	33.3	48.8	52.0	17.1	44.5	64.2	68.4	21.1	56.3	80.2	85.9
1.2	2.9	4.3	4.7	5.2	12.7	19.1	20.4	9.2	22.9	34.0	36.3	13.2	33.5	49.2	52.4	17.2	44.8	64.6	68.8	21.2	56.6	80.6	86.3
1.3	3.1	4.7	5.1	5.3	13.0	19.5	20.8	9.3	23.2	34.3	36.7	13.3	33.8	49.5	52.8	17.3	45.1	65.0	69.3	21.3	56.9	81.0	86.8
1.4	3.4	5.1	5.5	5.4	13.2	19.9	21.2	9.4	23.4	34.7	37.1	13.4	34.1	49.9	53.2	17.4	45.4	65.4	69.7	21.4	57.2	81.4	87.2
1.5	3.6	5.5	5.9	5.5	13.5	20.3	21.6	9.5	23.7	35.1	37.5	13.5	34.4	50.3	53.7	17.5	45.7	65.8	70.1	21.5	57.6	81.9	87.7
1.6	3.8	5.8	6.2	5.6	13.7	20.6	21.9	9.6	24.0	35.5	37.9	13.6	34.6	50.7	54.1	17.6	45.9	66.1	70.5	21.6	57.9	82.3	88.2
1.7	4.1	6.2	6.6	5.7	14.0	21.0	22.3	9.7	24.2	35.9	38.3	13.7	34.9	51.1	54.5	17.7	46.2	66.5	70.9	21.7	58.2	82.7	88.6
1.8	4.3	6.6	7.0	5.8	14.2	21.4	22.7	9.8	24.5	36.2	38.7	13.8	35.2	51.4	54.9	17.8	46.5	66.9	71.4	21.8	58.5	83.1	89.1
1.9	4.6	6.9	7.4	5.9	14.5	21.7	23.1	9.9	24.7	36.6	39.1	13.9	35.4	51.8	55.3	17.9	46.8	67.3	71.8	21.9	58.8	83.5	89.5
2.0	4.8	7.3	7.8	6.0	14.7	22.1	23.5	10.0	25.0	37.0	39.5	14.0	35.7	52.2	55.7	18.0	47.1	67.7	72.2	22.0	59.1	83.9	90.0
2.1	5.0	7.7	8.2	6.1	15.0	22.5	23.9	10.1	25.3	37.4	39.9	14.1	36.0	52.6	56.1	18.1	47.4	68.1	72.6	22.1	59.4	84.3	90.5
2.2	5.3	8.0	8.6	6.2	15.2	22.8	24.3	10.2	25.5	37.8	40.3	14.2	36.3	53.0	56.5	18.2	47.7	68.5	73.1	22.2	59.7	84.7	90.9
2.3	5.5	8.4	9.0	6.3	15.5	23.2	24.7	10.3	25.8	38.1	40.7	14.3	36.5	53.1	56.9	18.3	56.9	68.9	73.5	22.3	60.0	85.1	91.3
2.4	5.8	8.8	9.4	6.4	15.7	23.6	25.1	10.4	26.0	38.5	41.1	14.4	36.8	53.7	57.3	18.4	48.3	69.3	73.9	22.4	60.3	85.5	91.8
2.5	6.0	9.2	9.8	6.5	16.0	24.0	25.5	10.5	26.3	38.9	41.5	14.5	37.1	54.1	57.8	18.5	48.6	69.7	74.4	22.5	60.7	86.0	92.3
2.6	6.2	9.1	10.1	6.6	16.2	24.3	25.9	10.6	26.6	39.3	41.9	14.6	37.4	54.5	58.2	18.6	48.8	70.1	74.8	22.6	61.0	86.4	92.8
2.7	6.5	9.9	10.5	6.7	16.5	24.7	26.3	10.7	26.8	39.7	42.3	14.7	37.7	54.9	58.6	18.7	49.1	70.5	75.2	22.7	61.3	86.8	93.2
2.8	6.7	10.3	10.9	6.8	16.7	25.1	26.7	10.8	27.1	40.0	42.7	14.8	37.9	55.2	59.0	18.8	49.4	70.9	75.6	22.8	61.6	87.2	93.7
2.9	7.0	10.6	11.3	6.9	17.0	25.4	27.1	10.9	27.3	40.4	43.1	14.9	38.2	55.6	59.4	18.9	49.7	71.3	76.1	22.9	61.9	87.6	94.1
3.0	7.2	11.0	11.7	7.0	17.2	25.8	27.5	11.0	27.6	40.8	43.5	15.0	38.5	56.0	59.8	19.0	50.0	71.7	76.5	23.0	62.2	88.0	94.6
3.1	7.5	11.4	12.1	7.1	17.5	26.2	27.9	11.1	27.9	41.2	43.9	15.1	38.8	56.4	60.2	19.1	50.3	72.4	76.9				
3.2	7.7	11.7	12.5	7.2	17.7	26.5	28.3	11.2	28.1	41.6	44.3	15.2	39.1	56.8	60.6	19.2	50.6	72.5	77.4				
3.3	8.0	12.1	12.9	7.3	18.0	26.9	28.7	11.3	28.4	41.9	44.7	15.3	39.3	57.2	61.0	19.3	50.9	72.9	77.8				
3.4	8.2	12.5	13.3	7.4	18.2	27.3	29.1	11.4	28.7	42.3	45.1	15.4	39.6	57.6	61.4	19.4	51.2	73.3	78.2				
3.5	8.5	12.9	13.7	7.5	18.5	27.7	29.5	11.5	29.0	42.7	45.5	15.5	39.9	58.0	61.9	19.5	51.5	73.7	78.7				
3.6	8.7	13.2	14.0	7.6	18.8	28.0	29.9	11.6	29.2	43.1	45.9	15.6	40.2	58.3	62.3	19.6	51.8	74.1	79.1				
3.7	9.0	13.6	14.4	7.7	19.0	28.4	30.3	11.7	29.5	43.5	46.3	15.7	40.5	58.7	62.7	19.7	52.1	74.5	79.6				
3.8	9.2	14.0	14.8	7.8	19.3	28.8	30.7	11.8	29.8	43.8	46.7	15.8	40.7	59.1	63.1	19.8	52.4	74.9	80.0				
3.9	9.5	14.3	15.2	7.9	19.5	29.1	31.1	11.9	30.0	44.2	47.1	15.9	41.0	59.4	63.5	19.9	52.7	75.3	80.5				
4.0	9.7	14.7	15.6	8.0	19.8	29.5	31.5	12.0	30.3	44.6	47.5	16.0	41.3	59.9	63.9	20.0	53.0	75.7	80.9				
4.1	10.0	15.1	16.0	8.1	20.1	29.9	31.9	12.1	30.6	45.0	47.9	16.1	41.6	60.3	64.3	20.1	53.3	76.1	81.4				
4.2	10.2	15.4	16.4	8.2	20.3	30.2	32.3	12.2	30.8	45.4	48.3	16.2	41.9	60.7	64.7	20.2	53.6	76.5	81.8				
4.3	10.5	15.8	16.8	8.3	20.6	30.6	32.7	12.3	31.1	45.7	48.7	16.3	42.2	61.1	65.1	20.3	53.9	76.9	82.3				
4.4	10.7	16.2	17.2	8.4	20.8	31.0	33.1	12.4	31.4	46.1	49.1	16.4	42.5	61.5	65.5	20.4	54.2	77.3	82.7				
4.5	11.0	16.6	17.6	8.5	21.1	31.4	33.5	12.5	31.7	46.5	49.6	16.5	42.8	61.9	66.0	20.5	54.5	77.8	83.2				
4.6	11.2	16.9	18.0	8.6	21.4	31.7	33.9	12.6	31.9	46.9	50.0	16.6	43.0	62.2	66.4	20.6	54.8	78.2	83.6				
4.7	11.5	17.3	18.4	8.7	21.6	32.1	34.3	12.7	32.2	47.3	50.4	16.7	43.3	62.6	66.8	20.7	55.1	78.6	84.1				
4.8	11.7	17.7	18.8	8.8	21.9	32.5	34.7	12.8	32.5	47.6	50.8	16.8	43.6	63.0	67.2	20.8	55.4	79.0	84.5				
4.9	12.0	18.0	19.2	8.9	22.1	32.8	35.1	12.9	32.7	48.0	51.2	16.9	43.9	63.4	67.6	20.9	55.7	79.4	85.0				

CONTENIDO CARNICO C29a-c

(a)

1. Carbohidratos: 100 - (humedad + grasa + proteína + ceniza).
2. Proteina del pan: carbohidrato dividido por 6.
3. Pan: carbohidratos x 1,33.
4. Proteina de la carne: proteína total - proteina del pan.
5. Carne magra (cerdo): proteína de la carne x 4,64.
   Carne magra (vacuna): proteína de la carne x 4,51.
6. Carne total: carne magra + grasa.
7. Condimentos: sal + 0,5.
8. Agua añadida: 100 - (pan + carne total + condimentos).

(b)

El contenido cárnico puede calcularse de la forma siguiente:

$$\text{Porcentaje de carne magra} = \frac{\text{porcentaje de nitrógeno cárnico total} \times 100}{f}$$

donde f =
- 3,35 para la carne de ternera
- 3,45 para la carne de cerdo
- 3,55 para la carne de bóvido
- 3,7 para la carne entera de pollo (3,6 para el músculo rojo, 3,9 para la pechuga)
- 2,7 para riñones
- 3,0 para lenguas
- 3,65 para carne entera de pavo (3,5 para el músculo rojo, 3,9 para la pechuga)
- 3,55 para hígados
- 2,0 para pan relleno

Notas:

1. Es esencial corregir la cifra de nitrógeno que corresponda al pan, leche en polvo, etc., que pueda haber presente.
2. Referencias. *Analyst*, 1961, *86*, 557.
   Analyst, 1963, *88*, 422, 583
   Analyst, 1965, *90*, 256, 579.
   Analyst, 1966, *91*, 538.
   Analyst, 1967, *92*, 326.

(c)

Calcular el contenido en carne magra a partir de los datos analíticos del nitrógeno total y de la grasa extraida y de los carbohidratos desecados obtenidos por diferencia, de la forma siguiente:

Vacuno

$$\text{Carne magra} = \frac{112{,}5N_T - 0{,}4437F_E - 2{,}25C_D}{3{,}55}$$

Cerdo

$$\text{Carne magra} = \frac{112{,}5N_T - 0{,}4132F_E - 2{,}25C_D}{3{,}45}$$

donde N_T = porcentaje de nitrógeno total
F_E = porcentaje de grasa extraida
C_D = porcentaje de carbohidratos desecados

Notas:

1. El procedimiento está basado en la fórmula de Stubbs, G. y A. More, 1919, *Analyst, 44,* 125, utilizando los valores de la Sociedad de Químicos Analistas para N/F_E y modificados por Pearson, D., 1968, *J. Assn. Public Analysts,* 6, 129, para garantizar como admisible un 10 por ciento de grasa de procedencia intramuscular.

CONTENIDO CARNICO ESCURRIDO C30

1. Desecar durante una hora en estufa mantenida a 105° C un papel de filtro Whatman número 54 de 11 cm de diámetro, colocado en una cápsula de petri. Pesar.
2. Colocar el papel de filtro sobre un embudo de Buchner, humedecer y aplicar ligera succión.
3. Pesar en un vaso de precipitados de 250 ml (conteniendo una varilla de agitación) una muestra de tamaño adecuado, bien mezclada, de carne con jugo.
4. Transferir la mezcla de carne y jugo sobre el papel de filtro pesado. Lavar perfectamente el jugo de la carne con agua destilada caliente. Lavar perfectamente el papel de filtro con posteriores adiciones de agua destilada caliente.
5. Transferir papel de filtro y contenido a la placa de petri, desecar con calor moderado y pesar.

CONTENIDO EN GELATINA C31a-b

(a)

1. Determinar el contenido en nitrógeno como se detalla en el método N2. Multiplicar por 5,55.

(b)

1. Pesar con exactitud 10 g de muestra en un vaso de precipitados de 250 ml y añadir 125 ml de agua destilada.
2. Hervir y añadir, bajo agitación constante, 0,5 ml de ácido acético glacial. Colocar sobre baño de agua caliente durante treinta minutos.
3. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 4 recogiendo el filtrado en un matraz volumétrico de 250 ml. Lavar perfectamente el resíduo con agua destilada caliente. Enfriar y diluir hasta la señal de enrase con agua a 20° C.
4. Tomar, con pipeta, alícuotas de 25 ml y añadirle 0,25 ml de solucón acuosa de formaldehido al 40 por ciento. Esto puede hacerse perfectamente en cápsula de evaporación.
5. Evaporar hasta que quede un volumen reducido y añadir otros 0,25 ml de solución de formaldehido.
6. Extender el residuo sobre el fondo de la cápsula de evaporación y mantenerla sobre un baño de agua caliente durante dos horas.
7. Añadir 100 ml de solución de formaldehido al 1 por ciento y mantener sobre baño de agua caliente durante treinta minutos.
8. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 54.
9. Repetir el proceso de extracción.
10. Lavar el residuo en el papel de filtro usando formaldehido al 1 por ciento.
11. Determinar el contenido en nitrógeno del papel de filtro y residuo por el procedimiento descrito en el método N2. La cantidad de gelatina (solamente en el caso de esta determinación) es igual al nitrógeno multiplicado por 5,79.

Nota: El método (b) se basa en el que se describe en los Official methods of the Association of Public Analysts.

CONTENIDO EN FRUTAS DE LAS NARANJADAS C32

El contenido en fruta de las bebidas a base de naranjas enteras puede calcularse a partir de los contenidos en potasio, fósforo y nitrógeno. El contenido en fruta verdadero puede calcularse utilizando

$$\text{Contenido en Fruta Estimado} = 0{,}05\ (7X + 10Y + 3Z)$$

donde X = contenido en fruta basado en el contenido en potasio,
Y = contenido en fruta basado en el contenido en fósforo,
Z = contenido en fruta basado en el contenido en nitrógeno.

Notas:

1. Método de Hulme, B., *et al.*, 1965, *J. Assn. Pub. Analysts, 3,* 116-117.
2. Según Hulme (*Loc. cit.*) las cantidades comparativas de las diferentes naranjas son

Región	*Porcentaje de potasio* (p_o/p_o)	*Porcentaje de fósforo* (p_o/p_o)	*Porcentaje de nitrógeno* (p_o/p_o)
Africa del Sur	0,171	0,021	0,190
Mediterráneo oriental	0,170	0,022	0,225
España	0,171	0,020	0,184
Brasil	0,231	0,022	0,178

CONTENIDO EN HUMEDAD C33a-k

(a)

1. Pesar con exactitud en cápsula de aluminio, niquel o acero inoxidable 5 g de muestra finamente molida. Extender el producto sobre el fondo de la cápsula para que ocupe la mayor superficie posible.
2. Elevar la temperatura a 65° C y reducir la presión hasta que no exceda de 100 mm de Hg con un flujo de aire de 100 ml min^{-1}. El aire debe pasarse previamente sobre óxido bárico y alúmina activada.
3. Pasadas 1,5 horas retirar las cápsulas. Enfriar en desecador y pesar.
4. Repetir el proceso de desecación durante otros quince minutos, pesar y continuar desecando hasta peso constante.
5. Calcular el contenido en humedad a partir de la pérdida de peso de la muestra.

(b)

Método igual que "a" pero desecando a 125° C durante tres horas.

(c)

1. Pesar con exactitud 5 g de muestra en una cápsula de níquel o acero inoxidable previamente desecada, extendiendo la muestra en una capa lo más fina posible sobre la base de la cápsula.
2. Colocar la cápsula con su contenido en estufa a 105° C y desecar durante cuatro horas.
3. Retirar la cápsula, enfriar en desecador y pesar.
4. Volver a colocar la cápsula en la estufa y desecar nuevamente durante otros treinta minutos. Retirar, enfriar y pesar.
5. Continuar la desecación hasta alcanzar peso constante.
6. Calcular el contenido en humedad a partir de la pérdida de peso de la muestra.

(d)

1. Comprobar con agua destilada a (20° C) que el refractómetro de Abbé da la lectura correcta (índice de refracción 1,3330) y proceder igual con dos líquidos orgánicos patrones que posean índices de refracción conocidos (ver Sección III).
2. Colocar una pequeña cantidad de muestra entre los prismas totalmente secos del refractómetro de Abbé. Cerrar los prismas.
3. Comprobar la temperatura de los prismas usando el termómetro interno de que se halla provisto el aparato.
4. Leer el índice de refracción de la muestra y calcular el porcentaje de sólidos totales (expresado en sacarosa) usando los datos de las Tablas XVII y XVIII (páginas 213 y 214).

(e)

1. Pesar aproximadamente 20 g de celita en polvo o arena lavada con ácido en cápsula de níquel o acero inoxidable que contenga una pequeña varilla de vidrio como agitador. Desecar en estufa durante una hora.
2. Retirar de la estufa y dejar enfriar en desecador. Pesar y añadir aproximadamente 5 g de muestra. Volver a pesar.
3. Añadir suficiente agua destilada para dispesar uniformemente la muestra después de calentar sobre baño de agua caliente.
4. Evaporar el máximo de agua posible calentando sobre baño de agua caliente. La mezcla de la muestra debe agitarse con frecuencia, en especial cuando se aproxima el término de la desecación.
5. Secar la base de la cápsula y colocarla en estufa a 105° C durante tres horas.
6. Retirar la cápsula de la estufa, enfriarla en desecador y pesarla.
7. Colocar la cápsula de nuevo en la estufa y desecar hasta peso constante.

8. Calcular el contenido en humedad a partir de la pérdida de peso de la muestra.

(f)

1. Pesar una cantidad elevada de muestra desmenuzada (400-500 g) en una cápsula de fondo plano.
2. Colocar la cápsula en la parte superior de la estufa y desecarla con calentamiento moderado durante ocho horas.
3. Pesar.
4. Moler la muestra hasta reducirla a polvo y determinar la humedad por uno de los métodos descritos previamente.
5. Calcular el contenido en humedad haciendo la corrección correspondiente a la pérdida inicial de agua.

(g)

1. Colocar aproximadamente 10 g de gránulos de piedra pómez en una cápsula de acero aplanada conteniendo un pequeño agitador de vidrio y desecar durante dos horas.
2. Después de enfriar en desecador, pesar y añadir 5 g de muestra. Volver a pesar. Mezclar la muestra con la piedra pómez, extendiéndola uniformemente sobre el fondo de la cápsula.
3. Desecar a 70° C en vacío, a una presión de 310-320 mm de Hg, durante tres horas. El flujo de aire debe ser de 100 ml min^{-1} y el aire debe pasarse sobre óxido de bario y alúmina activada.
4. Repetir el proceso de desecación durante quince minutos, pesar y continuar desecando hasta peso constante.
5. Pesar y calcular el contenido en humedad a partir de la pérdida de peso.

(h)

1. Pesar por diferencia 10 g de muestra en un matraz de fondo plano de 250 ml. Disolver en 50 ml de acetona.
2. Calentar sobre baño de agua caliente y seguidamente eliminar la acetona bien en un evaporador rotatorio o por calentamiento prolongado sobre baño de agua caliente. Dejar inclinado el matraz para facilitar la eliminación de solvente.
3. Repetir la adición de solvente y evaporación usando dos alícuotas de 50 ml de acetona pura.
4. Desecar el matraz en estufa y volver a pesar.
5. Calcular el contenido en humedad a partir de la pérdida de peso.

(i)

1. Desecar perfectamente una cápsula de acero inoxidable o níquel

manteniéndola en estufa a 105° C durante treinta minutos. Dejar enfriar en desecador. Pesar.
2. Pesar 5 g de muestra en la cápsula.
3. Calentar cuidadosamente el producto usando una llama de bunsen de forma que no se produzcan salpicaduras ni cambios de coloración.
4. Colocar la cápsula en estufa a 105° C durante dos horas.
5. Dejar enfriar y pesar. Volver a desecar y pesar hasta alcanzar peso constante.
6. La diferencia de peso indica el agua perdida por la muestra.

(j)

(Método de Karl Fischer - este método debe seguirse siempre con mucho cuidado).
1. Disolver la muestra, triturada en trozos pequeños pero sin llegar a pulverizar, en piridina seca o en metanol anhidro almacenado en sulfato sódico anhidro.
2. El metanol y la piridina deben normalizarse titulando 10 ml frente a la solución de Karl Fischer hasta alcanzar una tonalidad pardo-amarillenta previamente fijada. El proceso de titulación debe seguirse potenciométricamente (título *a*).
3. Tomar 1 ml de agua destilada y diluir con metanol anhidro hasta la señal de enrase de un matraz volumétrico de 100 ml. Tomar 10 ml de esta solución y diluir de nuevo a 100 ml con metanol anhidro. Tomar 10 ml de esta solución y titular con el reactivo de Karl Fischer hasta aparición de la misma tonalidad pardo-amarillenta (título *b*).

$$1 \text{ ml de reactivo} = \frac{0{,}01}{b - a} \text{ g de agua.}$$

4. Tomar 10 ml de la solución problema (de la muestra) y titular potenciométricamente frente al reactivo de Karl Fischer.
5. Usando el peso de la muestra y el peso del agua obtenida del título en blanco, calcular el contenido en humedad.

Nota: El reactivo recién preparado debe normalizarse cada día.

(k)

1. Cortar la muestra en rodajas de 2 ó 3 mm de espesor, añadiendo igualmente los trozos partidos y pesar, con exactitud de décimas de gramo, en una cápsula de porcelana grande.
2. Desecar a 30° C durante un día.
3. Pesar el recipiente y la muestra con exactitud de décimas de gramo.

4. Pulverizar la muestra desecada a partículas pequeñas y mezclar perfectamente.
5. Pesar exactamente cantidades de 5 g de muestra pulverizada en una cápsula de acero inoxidable.
6. Continuar como se describe en C32c y modificar el resultado teniendo en cuenta la pérdida de peso de la muestra inicialmente desecada.

Nota: Contenido en humedad = 100 - 100 w (WO/D)

donde w = peso de la muestra pulverizada después de la desecación a 105° C.
W = peso de la muestra pulverizada tomada para la determinación de humedad.
O = peso original de la muestra principal.
D = peso de la muestra una vez desecada.

CONTENIDO EN PESCADO DE LAS PASTAS DE PESCADO C34

Carbohidratos: 100,0 - (suma de humedad, grasa, proteína, ceniza corregida, acidez).
Proteína de patata: carbohidratos divididos por 10.
Contenido en patata: carbohidratos multiplicados por 100/21.
Proteína de pescado: proteína total - proteína de patata.
Contenido en pescado: proteína de pescado multiplicado por 100/16,2.
Condimentos: sal más acidez más 0,5.

CREATININA (TOTAL) C35a-c

(a)

1. Calentar 5 g de muestra con 50 ml de agua destilada hasta que toda la materia se halle en dispersión. Enfriar en refrigerador. Desengrasar. Repetir.
2. Añadir 5 ml de ácido clorhídrico 1 M y dejar a reflujo durante dos horas.
3. Diluir a 100 ml en matraz volumétrico.

(b)

1. Si la muestra original es soluble y se halla exenta de grasa, preparar una solución al 1 por ciento.

Determinación

1. Mezclar 5 ml de la solución de la muestra con 5 ml de ácido clorhídrico 2 M. Evaporar a sequedad en cápsula de porcelana. Disolver el resíduo en 25 ml de agua destilada.
2. Filtrar a través de 5 g de óxido de aluminio colocados en una columna cromatográfica.
3. Acidificar 5 ml del eluido incoloro o amarillo pálido con ácido clorhídrico 2 M y evaporar a sequedad. Repetir la acidificación y evaporación.
4. Lavar el resíduo en tubo de ensayo con tapón de vidrio esmerilado usando no más de 1 ml de agua destilada.
5. Extraer cuatro veces con éter exento de peróxidos.
6. Combinar los extractos etéreos y evaporar.
7. Disolver el residuo en 2 ml de agua y añadir 1,5 ml de solución acuosa de ácido pícrico a saturación y 1 ml de hidróxido sódico 1 M.
8. Dejar reposar durante cinco minutos y diluir seguidamente a 50 ml en matraz volumétrico.
9. Comparar frente a una determinación en blanco en un Absorciómetro usando cubetas de 1 cm y filtro Ilford número 604.

Notas:

1. Calcular el contenido en creatinina por referencia a una curva patrón preparada a partir de una solución de clorhidrato de creatinina de la forma siguiente: Disolver 1,322 g de clorhidrato de creatinina en 500 ml de agua destilada. Añadir 100 ml de ácido clorhídrico 1 M. Diluir a 1 litro. Un milílitro de la solución preparada ≡ 1 mg de creatinina. Gramos de creatinina x 1,16 = gramos de creatina.
2. Referencia: *Analytical Methods for the Soup Industry*, Technical Commission of International Association of the Broth and Soup Industry, París, 1961.

CREMA TARTARA C36

1 Pesar 5 g de muestra en un matraz volumétrico de 500 ml, añadir 200 ml de agua destilada y agitar periodicamente durante treinta minutos.
2. Enrasar con agua destilada y dejar el matraz en reposo, durante quince minutos, en un baño de agua a temperatura constante de 20° C. Corregir el volumen si es necesario.
3. Filtrar a través de un papel de filtro acanalado Whatman número 54.
4. Transferir una alícuota de 100 ml de filtrado a un erlenmeyer y evaporar hasta aproximadamente 20 ml.

5. Añadir, bajo agitación, 3,5 ml de hidróxido sódico 1 M, a continuación 2 ml de ácido acético glacial seguido de agitación y finalmente 100 ml de etanol.
6. Enfriar a 15° C, agitar y guardar en un refrigerador durante la noche. Filtrar a través de un crisol de Gooch lavando la muestra con etanol del 80 por ciento, asegurando que todo el material de las paredes es transferido al crisol.
7. Arrastrar el contenido de la cápsula a un vaso de precipitados utilizando agua destilada caliente. Titular con hidróxido sódico 0,1 M utilizando fenoltaleina como indicador (*t*).

Notas:
1. Porcentaje de crema tártara = 1,88 (*t* + 0,6).
2. Referencia del método. Adaptado a partir de Official Methods of the Association of Official Agricultural Methods, 1960.

CUAJADA C37

1. Plegar un papel de filtro Whatman número 54, colocarlo en un pesafiltros y desecar durante una hora a 105° C. Pesar una vez enfriado.
2. Disolver en éter p. a. el residuo de la determinación de humedad.
3. Filtrar la solución etérea a través de papel de filtro tarado. Lavar todo el residuo hacia el papel de filtro con más éter y lavar perfectamente el papel libre de grasa.
4. Desecar el papel de filtro y su contenido a 105° C durante una hora. Pesar. Volver a desecar durante quince minutos y pesar.
5. El residuo se compone de cuajada y sal.

CURVA DE TITULACION C38

1. Pesar 6,55 g de muestra e introducirla en un vaso de precipitados conteniendo agua destilada a una temperatura aproximada de 40° C y mezclar hasta su disolución.
2. Transferir la solución con agua destilada a la misma temperatura a un matraz volumétrico de 100 ml previamente mantenido en un baño de agua a 40° C de temperatura.
3. Enrasar y mezclar.
4. Utilizando una pipeta caliente tomar una alícuota de 25 ml y colocarla en un frasco de cuello ancho.
5. Insertar un tapón de goma provisto (*a*) el electrodo de vidrio, (*b*) el electrodo de calomelano, (*c*) un tubo de entrada de nitrógeno, (*d*) el pico de una bureta y (*e*) un tubo corto para la salida del nitrógeno (antes de colocar los electrodos del pH-metro deben normalizarse con soluciones tampones, como se describe en P6).

6. Comenzar a burbujear el nitrógeno dentro de la solución problema al objeto de que no solo desprenda el dióxido de carbono presente sino que además favorezca la agitación de la solución.
7. Medir el pH de la muestra y añadir gota a gota ácido clorhídrico 0,02 M leyendo el valor pH a los dos minutos después de la última adición.
8. Continuar la adición de ácido clorhídrico hasta que el pH descienda hasta el valor 1,0.
9. Desconectar el flujo de nitrógeno, retirar y lavar los electrodos y comprobar la medida frente a soluciones patrones.
10. Repetir utilizando hidróxido potásico 0,02 M hasta que el pH alcance el valor 11,0.
11. Construir una curva semilogarítmica relacionando el pH de la solución frente al volumen de ácido o álcali añadido.
12. Determinar el punto de equivalencia en la gráfica semilogarítmica, i. e. el punto del eje donde se haya representado el volumen en el cual la velocidad de cambio de pH es máxima.

Notas:

1. Ajustar la adición de la solución titulante para producir cambios en el pH de 0,2 a 0,3 unidades.
2. Pueden hacerse comparaciones entre diferentes curvas de titulación para relacionar la capacidad tampón, la magnitud del tratamiento químico sobre el material crudo, comprobación de la influencia de otras sales y los efectos de la estructura molecular.
3. Puede construirse una gráfica diferencial en la cual la escala vertical (eje de ordenadas) indique el cambio de pH por unidad de volumen de solución titulante (e.g. 0,5 ml) frente al volumen de dicha solución - el punto de equivalencia normalmente lo indica un pico puntiagudo.
4. Cuando mediante determinaciones previas se conozca la proximidad del punto de equivalencia puede usarse un estrecho márgen de pH.

DECOLORACION DE LA CARNE D1

1. Quitar la grasa visible de las muestras.
2. Determinar el porcentaje de reflectancia en un espectrofotómetro a las longitudes de onda 572 nm, 552 nm, 525 nm y 474 nm - para estos fines se puede utilizar un espectrofotómetro Unicam SP800 equipado con una unidad de reflectancia difusa SP890.
3. Repetir la determinación después del almacenamiento de la muestra.
4. Deducir los valores medios a cada longitud de onda y tiempo de almacenamiento.

Tabla XV

Relación entre el coeficiente de absorción y el coeficiente de dispersión (K/S) en función del porcentaje de reflectividad (100 R)

(Ref., Judd, D.B., G. Wyszecki, *Colour in Business, Science and Industry*, 1963, J. Wiley and Sons Inc., N.Y.).

100 R_∞	K/S	100 R_∞	K/S	100 R_∞	K/S	100 R_∞	K/S	100 R_∞	K/S	100 R_∞	K/S
0.1	449.0	8.8	4.726	27.2	0.9742	3.6	12.91	20.5	1.5415	32.6	0.6967
0.2	249.0	9.0	4.601	27.4	0.9618	3.8	12.18	21.0	1.4860	32.8	0.6884
0.3	165.7	9.2	4.481	27.6	0.9496	4.0	11.52	21.5	1.4331	33.0	0.6802
0.4	124.0	9.4	4.366	27.8	0.9376	4.2	10.93	22.0	1.3827	34.0	0.6406
0.5	99.0	9.6	4.256	28.0	0.9257	4.4	10.39	22.5	1.3347	35.0	0.6036
0.6	82.3	9.8	4.151	28.2	0.9140	4.6	9.89	23.0	1.2889	36.0	0.5689
0.7	70.4	10.0	4.050	28.4	0.9026	4.8	9.44	23.2	1.2712	37.0	0.5364
0.8	61.5	10.5	3.814	28.6	0.8912	5.0	9.02	23.4	1.2538	38.0	0.5058
0.9	54.6	11.0	3.600	28.8	0.8801	5.2	8.64	23.6	1.2366	39.0	0.4770
1.0	49.0	11.5	3.405	29.0	0.8691	5.4	8.29	23.8	1.2198	40.0	0.4500
1.1	44.5	12.0	3.227	29.2	0.8583	5.6	7.957	24.0	1.2033	41.0	0.4245
1.2	40.7	12.5	3.062	29.4	0.8477	5.8	7.650	24.2	1.1871	42.0	0.4005
1.3	37.5	13.0	2.911	29.6	0.8372	6.0	7.363	24.4	1.1712	43.0	0.3778
1.4	34.7	13.5	2.771	29.8	0.8268	6.2	7.096	24.6	1.1555	44.0	0.3564
1.5	32.3	14.0	2.641	30.0	0.8167	6.4	6.844	24.8	1.1401	45.0	0.3361
1.6	30.3	14.5	2.521	30.2	0.8066	6.6	6.609	25.0	1.1250	46.0	0.3170
1.7	28.4	15.0	2.408	30.4	0.7967	6.8	6.387	25.2	1.1101	47.0	0.2988
1.8	26.79	15.5	2.303	30.6	0.7870	7.0	6.178	25.4	1.0955	48.0	0.2817
1.9	25.33	16.0	2.205	30.8	0.7774	7.2	5.980	25.6	1.0811	49.0	0.26541
2.0	24.01	16.5	2.113	31.0	0.7679	7.4	5.794	25.8	1.0670	50.0	0.25000
2.2	21.74	17.0	2.026	31.2	0.7586	7.6	5.617	26.0	1.0531	60.0	0.13333
2.4	19.85	17.5	1.9446	31.4	0.7494	7.8	5.549	26.2	1.0394	70.0	0.06429
2.6	18.24	18.0	1.8678	31.6	0.7403	8.0	5.290	26.4	1.0259	80.0	0.02500
2.8	16.87	18.5	1.7952	31.8	0.7313	8.2	5.139	26.6	1.0127	90.0	0.005556
3.0	15.68	19.0	1.7266	32.0	0.7225	8.4	4.994	26.8	0.9997	100.0	0.000000
3.2	14.64	19.5	1.6616	32.2	0.7138	8.6	4.857	27.0	0.9868		
3.4	13.72	20.0	1.6000	32.4	0.7052						

(en la publicación original de una versión de esta tabla)

Tabla XV, donde K es una constante para el coeficiente de absorción y S es una constante para el coeficiente de reflexión.

relación 572/525
552/525
474/525

Notas:

1. Método de Atkinson, J. L. y M. J. Follet, 1975, *J. Fd. Tech., 8,* 51-8 y Hood, D. E. y E. B. Riorden, 1973, *J. Fd. Tech., 8,* 333-343.
2. La decoloración de la carne se controla por el aumento de metamioglobina que se considera que tiene una concentración del 0 por ciento al comienzo de la determinación.
3. La lectura a 525 nm es una medida del contenido en mioglobina total y refleja la intensidad general del color.
4. La lectura a 572 nm es una medida del contenido en oximioglobina y en mioglobina reducida.
5. La diferencia en la reflectancia a 572 y 525 nm es una medida de la cantidad de metamioglobina respecto a los dos pigmentos en estado ferroso.
6. La lectura a 474 nm es una medida de la cantidad de oximioglobina y metamioglobina.
7. La diferencia en la reflectancia a 474 y 525 nm es una medida de la mioglobina reducida respecto a los otros dos pigmentos.
8. Se ha visto que la ditionita es necesaria para producir un máximo de reflactancia a 552 nm.
9. Atkinson y Follet (*loc. cit.*) han dado las relaciones siguientes para diferentes carnes:

Tipo de carne	$K/S\ \frac{572}{525}$ (100 por ciento mioglobina)	$K/S\ \frac{552}{525}$ (100 por ciento nitrosomioglobina)	Cambio en el índice
cerdo	0,85	1,34	0,49
cordero	0,85	1,54	0,69
vacuno	0,85	1,74	0,89

DENSIDAD D2

1. Llenar una probeta metálica previamente pesada cuya capacidad sea exactamente 625 ml de agua y cuyo diámetro sea de 50 nm, con la muestra que cae desde una tolva situada 3 cm por encima.

2. La inclinación de las paredes de la tolva debe ser de 60° y la abertura de la base de 1 cm.
3. Pesar la probeta después de eliminar el exceso pasando el rasero.

Notas: 1. Densidad, lb ft^{-3} = $\frac{\text{peso de la muestra, g}}{10}$

2. El peso compacto es el que posee cuando la probeta se comprime y rellena repetidamente.

DENSIDAD FINAL DE LOS JARABES D3

1. La densidad final de los jarabes de frutas enlatadas puede calcularse utilizando la ecuación siguiente:

$$d = \frac{(sb + fw)}{\left(t - \frac{fi}{100}\right)}$$

donde d = densidad final de jarabes en latas (grados Brix)
s = peso del jarabe original añadido (g)
b = densidad del jarabe original (grados Brix)
f = peso del relleno de fruta
w = factor para sólidos solubles (porcentaje)
i = factor para sólidos insolubles (porcentaje)
t = peso total de los contenidos: fruta más jarabe (g).

2. Los jarabes para diferentes tipos de frutas son:

Fruta	*Factor para sólidos solubles (w) porcentaje medio*	*Márgen normal porcentaje*	*Factor para sólidos insolubles (i) porcentaje medio*
Cerezas	13,0	10-17	8
Ciruelas-Victoria	13,0	10-16	7
Ciruelas-Otras variedades	11,5	9-14	6
Claudias	16,0	11-21	5
Damascos	15,0	11-20	8
Frambuesas americanas	10,5	8-14	7
Frambuesas	10,0	8-12	6
Fresas	9,0	7-11	2
Grosellas negras	15,5	11-20	7
Ruibarbo	5,5	4-7	2
Uvas espinas	8,5	6-11	2
Zarzamoras	10,0	7-14	9

Notas:

1. Referencia del método, Adam, W. B., 1965, *J. Assn. Pub. Analysts, 3,* 41.
2. Según Adam (*loc. cit.*) una estación húmeda y fría puede hacer descender las densidades medias finales desde 0,5 a 1,0 grados Brix.
3. Una variación de 10 grados Brix en la densidad del jarabe original altera la densidad final en 4,5 grados Brix.
4. La variedad de la fruta así como el estado de maduración puede hacer variar la densidad final en 2 ó 3 grados.
5. La variación de peso del relleno cambia la producción de jarabe a fruta y tiene un efecto primordial sobre la densidad final.

DIOXIDO DE AZUFRE D4

1. Pesar 32, 64 ó 96 g de muestra en un matraz de un litro de fondo plano provisto de tubuladura lateral.
2. Añadir al frasco 500 ml de ácido clorhídrico al 5 por ciento (v_o/v_o). Añadir algunas perlas de vidrio o pequeños fragmentos de porcelana.
3. Por otra parte poner 25 ml de peróxido de hidrógeno (10 volúmenes) en un erlenmeyer de 100 ml y añadir unas gotas de azul de bromofenol al 0,1 por ciento. Titular con hidróxido sódico 0,1 M hasta aparición de un débil color azul. Transferir 5 ml de la solución de peróxido a un tubo en U que ha sido parcialmente rellenado con perlas de vidrio.
4. Conectar la tubuladura lateral del matraz a un condensador y conectar la parte terminal del condensador, con un tubo doblado, al matraz colector y tubo en U.
5. Burbujear dióxido de carbono o nitrógeno puro a través de las soluciones. Pasados quince minutos iniciar el calentamiento con llama de bunsen o con manta eléctrica en torno al matraz de destilación. El tubo de entrada de gas debe atravesar el tapón de la boca principal del matraz y penetrar debajo del nivel de líquido.
6. Hervir durante hora y media o dos horas.
7. Desconectar el matraz colector y el tubo en U. Lavar la solución de peróxido del tubo en U al matraz colector.
8. Titular el peróxido de hidrógeno con hidróxido sódico 0,1 M.

Notas:

1. 1 ml de hidróxido sódico 0,1 M ≡ 0,0032 g SO_2.
2. p.p.m. de SO_2 = título x $\frac{100}{3}$ para 96 g de muestra

$= \text{título} \times \frac{100}{2}$ para 64 g de muestra

= título x 100 para 32 g de muestra

DIOXIDO DE CARBONO, UTILIZABLE Y TOTAL D5

Dióxido de carbono residual

1. Pesar de 0,5 a 5 g de muestra en matraz de vidrio de boca ancha. Añadir de 10 a 50 ml de agua destilada según el peso de la muestra tomada.
2. Someter durante veinte minutos a agitación intermitente.
3. Colocar el matraz en baño de agua hirviendo durante veinte minutos.
4. Hervir la mezcla durante cinco minutos sobre bunsen.
5. Cerrar el matraz con tapón de goma con tres perforaciones (*a*) para embudo cerrado de goteo, (*b*) para un condensador de reflujo y (*c*) para un tubo de entrada de gas que penetre en la muestra líquida. La abertura superior del condensador de reflujo debe conectarse a una serie de tubos en U (con tapones de vidrio) que contienen respectivamente ácido sulfúrico, carbón activo y ácido sulfúrico. Por el sistema se hace circular aire durante 10 minutos antes del uso y el tubo de absorción de carbón activo debe pesarse previamente. El aire tiene que pasar a través de una serie de columnas de absorción de hidróxido potásico en lentejas antes de penetrar en el matraz de ensayo.
6. Añadir 30 ml de ácido clorhídrico 5 M, pasar aire a través y poner en ebullición una vez que la efervescencia haya cesado. Hervir durante cinco minutos.
7. Cerrar los tapones del tubo de absorción y pesar.

Dióxido de carbono total

8. Repetir con la muestra sin el tratamiento previo de los pasos (1) a (4).

Dióxido de carbono utilizable

9. Dióxido de carbono total - dióxido de carbono residual.

ENRANCIAMIENTO E1

Prueba de Kreis Kerr

1. Tomar 1 g de muestra fundida y una cantidad similar de ácido clorhídrico concentrado.
2. Añadir 1 ml de solución etérea de floroglucinol al 1 por ciento.
3. La lenta aparición de color rojo indica que la muestra posiblemente se halla enranciada.

ESTABILIDAD E2

1. Transferir 30 ml de muestra a un tubo de centrifuga de 50 ml.
2. Equilibrar el tubo con otro conteniendo agua.
3. Centrifugar a 3000 r.p.m. durante treinta minutos.
4. Examinar la separación que ha tenido lugar midiendo el volumen de la capa clara de aceite.

ESTERES E3

1. Transferir 2 g de muestra a un matraz de saponificación y añadir 5 ml de etanol al 90 por ciento (v_o/v_o) y cinco gotas de indicador de fenoltaleina.
2. Titular la acidez libre con solución alcohólica de hidróxido potásico 0,1 M (t_1). El índice de acidez es el número de mg de hidróxido potásico requeridos por cada g de aceite.
3. Añadir 20 ml de solución alcohólica de hidróxido potásico 0,5 M al líquido neutralizado y hervir a reflujo durante una hora.
4. Añadir cinco gotas de fenoltaleina y titular con ácido clorhídrico 0,5 M (t_2).
5. Efectuar una determinación por duplicado omitiendo la muestra (t_3).

Notas: 1. Indice de ésteres $= \dfrac{(t_3 - t_2) \times 28{,}05}{w}$

donde w = peso de la muestra

2. Corregir los títulos si la potasa alcohólica no es 0,5 M.

ESTRUCTURA DEL PRODUCTO E4

1. Seccionar el producto hasta obtener una superficie de corte representativa.
2. Presionar la superficie de corte sobre una almohadilla con tinta y luego imprimir sobre una hoja de papel blanco.
3. Dejar secar y anotar comentarios sobre las variaciones en la estructura del producto.
4. Otra posibilidad consiste en reproducir el aspecto de la superficie de corte de la muestra en fotocopia tipo Xerox.

EXAMEN DE ACIDOS GRASOS E5a-b

(a)

1a. Extraer toda la grasa a reflujo, durante una hora, en un aparato de Soxhlet utilizando 60 ml de una mezcla de dos partes de cloroformo y una parte de metanol. ó

1b. Tomar la muestra de grasa y disolverla en 20 ml de cloroformo.

2. Añadir 12 ml de agua a la solución y agitar u homogeneizar.
3. Dejar en reposo durante cinco minutos.
4. Añadir 20 ml de cloroformo, agitar u homogeneizar y dejar en reposo durante cinco minutos.
5. Repetir el paso anterior con 25 ml de agua.
6. Centrifugar al objeto de obtener la completa separación de las capas.
7. Retirar la capa inferior de cloroformo utilizando para ello una jeringa hipodérmica.
8. Evaporar el solvente orgánico bien bajo vacío o en atmósfera de nitrógeno.
9. Tomar de 200 a 500 mg de grasa y someter a reflujo, de tres o cinco minutos, con solución metanólica de hidróxido potásico 0,5 M.
10. Mientras que la mezcla permanece caliente, añadir 15 ml de una mezcla preparada con 2 g de cloruro amónico disuelto en 60 ml de metanol a la que se ha añadido 3 ml de ácido sulfúrico concentrado,y a continuación someter a reflujo durante quince minutos.
11. Mezclar con movimientos rotatorios.
12. Someter a reflujo durante tres minutos.
13. Enfriar, añadir éter de petróleo ligero y agitar.
14. Separar la capa de éter.
15. Evaporar el éter de petróleo bien bajo vacío o en atmósfera de nitrógeno.
16. Determinar los ácidos grasos por cromatografía gaseosa utilizando las condiciones siguientes:

A (grasa)	tamaño de columna:	175 mm x 3 mm
	relleno:	DEGS al 2,5 por ciento sobre Chromosorb G de alta resolución
	elevación de temperatura:	4° C min^{-1}
	márgen de temperatura:	de 130° C a 215° C
	gas portador:	nitrógeno
	detector:	de ionización de llama
ó B (grasa)	tamaño de columna:	175 mm x 3 mm
	relleno:	polímeros de etilen-glicol con ácido adípico sobre celita
	elevación de temperatura:	4° C min^{-1}
	márgen de temperatura:	de 140° C a 180° C
	flujo de gas:	70 cm^3 min^{-1}
	gas portador:	nitrógeno
	detector:	de ionización de llama
C (fosfolípidos)	tamaño de columna:	tubo de acero de 2,44 m de longitud
	relleno:	EDGS al 4,5 por ciento en Chromosorb G de alta resolución
	elevación de temperatura:	4° C min^{-1}
	márgen de temperatura:	de 130° C a 215° C
	gas portador:	nitrógeno
	detector:	de ionización de llama

Referencia Wessels J. P.H., 1973, *J. Sci. Fd Agric., 24,* 451-461.

Notas:

1. Método para la preparación rápida de metilésteres de Hartman L. y R.C.A. Lágo, 1973, *Lab. Pract., 7, 22,* 475-476, 494.
2. Las condiciones cromatográficas A y C han sido propuestas por Wessels J.P.H. *et al.*, 1973, *J. Sci. Fd Agric., 24,* 451-461.
3. La preparación de grandes cantidades de metilésteres puede llevarse a cabo por reflujo con potasa etanólica, dilución con agua, acidificación con ácido clorhídrico, extracción de los ácidos grasos liberados con éter de petróleo o etílico y finalmente tratamiento con diazometano para formar los ésteres.

(b)

Preparación

1. Poner a reflujo, durante dos horas, 2 g de muestra lipídica con 10 ml de solución metanólica de ácido clorhídrico al 5 por ciento.
2. Destilar el alcohol a presión reducida, disolver los ácidos grasos con diclorurp de etileno y neutralizarlos con solución alcohólica de hidróxido potásico al 35 por ciento.
3. Eliminar los jabones que no hayan reaccionado.
4. Si se desea puede obtenerse ésteres grasos puros destilando en tubo de sublimación y recogiendo los estéres en un "dedo" frío.

[b(a)]

Examen

Cromatografía en papel

Tipo de papel: Whatman número 1.
Longitud del papel: 40 cm.
Tratamiento previo: desecar el papel y a continuación sumergirlo en solución etérea de silicona al 5 por ciento. Desecar al aire. Sumergir en el solvente. Desecar al aire.
Método cromatográfico: ascendente (ver pág. 246)
Solvènte: (*a*) ácido acético: agua (85:15); (*b*) ácido fórmico: ácido acético: agua (42:40:5:17,5).
Tiempo de desarrollo: dieciocho horas o el que sea preciso.
Temperatura de desarrollo: 30° C ± 1° C.
Revelado: sumergir en solución etanólica de alfa-ciclodextrina al 1 por ciento. Desecar al aire. Exponer a vapor de yodo.
Color de fondo: violeta. Acidos grasos insaturados: amarillo. Acidos grasos saturados, alcoholes, esteres, monoglicéridos: blanco.
Comparación: frente a muestras de identidad conocida.

[b(b)]

Cromatografía de gases

Tipo de columna: adipato o succinato de polietilenglicol.
Gas portador: helio o nitrógeno.
Velocidad de flujo: 50 ml min^{-1}.
Temperatura de la columna: 200° C.
Volumen de muestra: de 0,1 a 0,2 μl.
Temperatura del detector: de 210 a 220° C.
Comparación: frente a muestras de identidad conocida.

Nota: El método descrito del papel cromatográfico es el de Schlenk H. *et al.*, *J. A. O. C. S.*, 1957, *34*, 377.

EXAMEN ESPECTROFOTOMETRICO E6

1. Disolver 1 g de muestra en 50 ml de etanol y diluir a 100 ml en matraz volumétrico. Tomar con pipeta 25 ml de la solución anterior y diluir a 100 ml.
2. Transferir la solución a una cubeta de 1 cm y determinar la absorbancia [Absorbancia = $\log_{10}$ (1/Transmitancia)] con un espectrofotómetro UV entre 260-375 nm a intervalos de 5 nm.
3. Realizar una determinación en blanco sobre el etanol.
4. Trazar una línea AB desde el punto más elevado de mínima absorbancia, (aproximadamente 370 nm) al punto donde la curva comienza a descender (aproximadamente 285 nm).
5. Trazar una línea vertical CD desde el punto de máxima absorbancia (aproximadamente 315 nm) a la línea AB.
6. Comparar la longitud de la línea CD, máxima absorbancia y la relación CD: AB con la obtenida con una muestra de origen conocido.

Notas:
1. Particularmente recomendado para el aceite esencial de limón.
2. Método ideado por Sale, F. D. A., 1953.
3. Los aceites adulterados dan resultados anormales.

EXAMEN ORGANOLEPTICO E7a-d

(a)

1. Tomar 2 g de muestra y dispersarla en 200 ml de agua destilada hirviendo.
2. Enfriar la solución a 50° C.
3. Realizar una prueba de degustación en las condiciones descritas en el Capítulo 5.

(b)

Realizar pruebas de degustación a temperatura ambiente como se detalla en el Capítulo 5.

(c)

Realizar pruebas de degustación a 50° C como se detalla en el Capítulo 5.

(d)

1. Preparar una infusión de la muestra al 0,35 por ciento utilizando agua corriente calentada a 100° C.
2. Si se desea, diluir con 5 ml de leche por cada 100 ml de extracto.
3. Realizar la prueba de degustación utilizando copas calientes.

Nota: Una completa discusión de las pruebas de degustación se detalla en el Capítulo 5, Sección III.

EXTENSOGRAFO DE BRABENDER E8

1. Preparar una masa a 30° C como se describe en la sección del farinógrafo de Brabender pero añadiendo 6 g de cloruro sódico a la cantidad de agua adicionada.
2. Mezclar durante un minuto.
3. Dejar en reposo durante cinco minutos.
4. Mezclar durante dos minutos. En esta fase la consistencia debe ser 500 unidades.
5. Sacar la muestra y cortar dos porciones de 150 g.
6. Moldear mecánicamente una bola y colocarla en el soporte de la masa en la cámara de fermentación del extensógrafo.
7. Dejar transcurrir 45 minutos.
8. Colocar el soporte en el extensógrafo y poner en marcha el motor de forma que el soporte descienda 14-15 mm s^{-1}.
9. Realizar una segunda determinación para obtener un extensograma similar.

Notas:

1. La longitud de la gráfica anterior hasta la rotura indica la extensibilidad (E).
2. El área total delimitada por la curva indica la fuerza de la masa.
3. La altura máxima después de 50 mm de recorrido indica la resistencia de la masa a la extensión (R).
4. R/E indica la "calidad de la masa".

EXTRACTO ACUOSO E9

1. Pesar 5 g de muestra y transferir a un vaso de precipitados de 250 ml de forma baja.
2. Añadir 100 ml de agua destilada y hervir durante una hora.
3. Dejar sedimentar, decantar el líquido a través de papel de filtro recogiendo el filtrado en matraz volumétrico de 500 ml.

4. Arrastrar la materia insoluble hacia el vaso de precipitados usando agua destilada caliente.
5. Llevar el volumen de agua a 100 ml y hervir durante una hora.
6. Filtrar y repetir la extracción otras dos veces más. El útilmo filtrado debe ser incoloro.
7. Ajustar el volumen a 500 ml y mezclar intimamente.
8. Tomar con pipeta una alícuota de 100 ml y evaporar a sequedad en cápsula de acero inoxidable, previamente pesada, sobre baño de agua caliente.
9. Desecar en estufa a 105° C hasta peso constante.

EXTRACTO ALCOHOLICO E10

1. Pesar 10 g de muestra y transferir a matraz volumétrico de 250 ml.
2. Enrasar con etanol. Agitar y dejar en reposo durante la noche.
3. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 54.
4. Pipetar 25 ml de filtrado a una cápsula de níquel o acero inoxidable previamente pesada.
5. Colocar la cápsula en estufa a 105° C durante dos horas. Pesar.

EXTRACTO ETEREO E11

1. Pesar 10 g de muestra y transferirlos a matraz volumétrico de 250 ml.
2. Diluir hasta la señal de enrase con éter dietílico, agitar y dejar en reposo durante la noche.
3. Filtrar si es preciso, a través de papel de filtro Whatman número 54.
4. Tomar 25 ml de filtrado y colocarlos en matraz de fondo plano previamente pesado. Destilar el éter.
5. Colocar el matraz en estufa y desecar a 105° C durante dos horas. Pesar.

EXTRACTO DE VAINILLA (IMPUREZAS) E12

Realizar un examen cromatográfico en papel de la forma siguiente:

Método cromatográfico: ascendente (ver pág. 246).
Tipo de papel: Whatman 3 MM.
Dimensiones del papel: 20 x 30 cm.
Técnica: bidimensional.
Solvente:
primera dimensión: etanol: agua: bicarbonato potásico (20: 78: 2).
segunda dimensión: isopropanol: agua (75:25).

Método de detección: luz $U_o V_o$, onda larga.
Comparación: frente a productos de pureza conocida.

Nota: Este método ha sido descrito por Filetsn, J., *J. A. O. A. C.*, 1962, *2, 45,* 256.

FARINOGRAFO DE BRABENDER F1

1. Colocar 300 g de harina en el compartimento de mezcla y añadir agua a 30° C hasta que el nivel de la banda observada en el farinógrafo se mantenga en la línea 500 ó 600. Este es el nivel de consistencia del agua.
2. Colocar otros 300 g de harina en el compartimento de mezcla y añadir la cantidad de agua (a 30° C) determinada en el paso (1).
3. Arrastrar hacia abajo toda la harina para garantizar una mezcla homogénea y cubrir el compartimento mezclador con una lámina de vidrio. Comenzar el registro.

Notas:

1. El trazado registra la reacción del par de torsión sobre el eje de transmisión de las aspas mezcladoras.
2. La altura de la curva indica la consistencia de la masa.
   El tiempo invertido en el ascenso inicial de la curva indica el tiempo de desarrollo de la masa.
   La porción plana central de la curva indica la longitud de la estabilidad de la masa.
   El grado de debilitamiento de la masa viene indicado por el descenso o caída de la curva.

FENOLES F2

1. Transferir 80 ml de solución acuosa de hidróxido potásico al 5,0 por ciento (p_o/v_o) y 10,0 ml de aceite problema a un matraz de 150 ml. El cuello del matraz tiene que estar graduado en divisiones de 0,1 ml.
2. Agitar a intervalos frecuentes durante treinta minutos.
3. Añadir más solución acuosa de hidróxido potásico hasta que el aceite se sitúe en la porción graduada del cuello del matraz.
4. Dejar durante veinticuatro horas.
5. Leer el volumen ocupado por el aceite no absorbido.
6. Calcular el porcentaje de aceite absorbido (fenol).

Notas:

1. La adición de 2 ml de xileno facilita la separación del aceite. (Deducir del volumen de aceite).
2. Referencia del método: *Analyst, 53,* 215.

FIBRA BRUTA F3

1. Pesar 2 g de muestra desengrasada y añadirla a 200 ml de ácido sulfúrico al 1,25 por ciento contenidos en un vaso de precipitados de 400 ml de capacidad y forma baja. Es esencial agitar para desintegrar los grumos que puedan existir. La varilla de vidrio (agitador) debe estar provista de protector de goma.
2. Cubrir el vaso de precipitados con vidrio de reloj y hervir durante treinta minutos. Reponer con agua destilada las pérdidas de volumen que se produzcan durante la ebullición.
3. Filtrar la solución caliente a través de papel de filtro Whatman número 54, lavando perfectamente el residuo con agua destilada.
4. Arrastrar el residuo al vaso de precipitados con ayuda de un total de 100 ml de agua destilada caliente. Añadir 100 ml de solución de hidróxido sódico al 2,5 por ciento. Es preferible seguir este procedimiento usando vasos de precipitados que previamente han sido marcados para indicar el volumen. Hervir durante treinta minutos reponiendo las pérdidas de volumen con agua destilada.
5. Durante este procedimiento plegar un papel de filtro Whatman número 54, colocarlo en pesafiltros y desecar a 105° C durante una hora. Pesar.
6. Filtrar el líquido a través de papel de filtro pesado. Lavar hacia el papel de filtro los restos que queden adheridos a las paredes del vaso de precipitados (con ayuda del agitador provisto del protector de goma) usando agua destilada caliente. Lavar con agua destilada hasta que el líquido de los lavados no dé reacción alcalina con el papel indicador universal.
7. Dejar drenar, transferir a un pesafiltros, desecar a 105° C durante tres horas y pesar. Volver a desecar durante quince minutos y pesar de nuevo para comprobar si el peso es constante.

FOSFATO ALCOHOLICO F4

1. Pesar 20 g de muestra dentro de un gran matraz de boca esmerilada.
2. Añadir 100 ml de etanol del 95 por ciento y dejar a reflujo durante seis horas en aparato de Soxhlet.
3. Filtrar a través de papel de filtro Whatman del número 54.
4. Evaporar el alcohol sobre baño de agua caliente.
5. Añadir otros 100 ml de etanol del 95 por ciento y dejar a reflujo durante otras seis horas. Filtrar por el mismo papel de filtro recogiendo el filtrado en el vaso de precipitados original y evaporar como antes.
6. Conservar el residuo del papel de filtro para la posterior determinación de almidón.

7. Oxidar en húmedo el material del vaso de precipitados calentando con 5 ml de ácido sulfúrico concentrado y seguidamente 5 ml de ácido nítrico concentrado.
8. Continuar como se indica en la determinación de fósforo, método F7.

Nota: Huevo en polvo = $P_2 O_5 \times \frac{100}{1,2}$

FOSFATOS F5

Identificación

Método: cromatografía en papel
Papel: Whatman número 1
Técnica: descendente (ver pág. 245).
Solvente: alcohol isopropílico: ácido tricloroacético: agua: amoníaco (70:20:10:0,3)
Longitud del papel: 50 cm
Tiempo de desarrollo: 48 horas
Revelado: solución de molibdato amónico

Determinación

1. Disolver la cantidad adecuada de muestra en agua y ácido nítrico, neutralizar con amoníaco y acidificar con 7 ml de ácido nítrico al 25 por ciento (v_o/v_o).
2. Añadir permanganato potásico al 1 por ciento hasta que el color no desaparezca. Calentar. Continuar la adición hasta que deje de producirse la decoloración.
3. Añadir 0,25 g de oxalato amónico, 2 g de nitrato amónico y 1 g de cloruro amónico. Añadir 25 ml de molibdato amónico al 10 por ciento, 15 ml de agua y 10 ml de ácido nítrico concentrado.
4. Agitar y seguidamente dejar sobre baño de agua caliente durante treinta minutos.
5. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 40, lavando cuidadosamente con nitrato potásico al 1 por ciento.
6. Disolver el precipitado en 25,0 ml de hidróxido sódico 1 M y retrotitular con ácido clorhídrico 1 M usando fenoltaleina como indicador.

Nota: 1 ml de ácido clorhídrico 1 M = 0,003088 g de P_2O_5 = = 0,00413 g de PO_4.

FOSFOLIPIDOS F6

Extracción

1. Disolver parcialmente la muestra (2 g) en acetona fría, centrifugar y separar la solución de acetona por decantación.
2. Añadir al residuo más acetona fría y amasar el material insoluble con varilla de vidrio.
3. Centrifugar y dirigir un chorro de aire sobre el residuo para eliminar la acetona.
4. Disolver el residuo en cloroformo y diluir a 200 ml.

Examen

Examinar por cromatografía en capa fina en las siguientes condiciones:

Solución problema: solución clorofórmica de la muestra al 1 por ciento, preparada como se ha indicado anteriormente.
Solvente: cloroformo: metanol: agua (65:25:4)
Soporte: sílica gel G (ver pág. 247)
Espesor de capa: 250 nm
Activación: treinta minutos a 120° C
Volumen de muestra: 20 µl
Tiempo de desarrollo: entre treinta y cuarenta y cinco minutos
Recorrido del solvente: 12 cm
Revelador (pulverización): ácido sulfúrico al 10 por ciento (v_o/v_o)
Condiciones de revelado: treinta minutos a 180° C
Método de registro: fotocopia
Comparación: frente a muestras de origen conocido
Otros posibles reveladores: ninhidrina en acetona al 0,25 por ciento (grupos amino); vapor de yodo (fosfolípidos con ácidos grasos insaturados).

FOSFORO F7a-c

(a)

Tratamiento previo

1. Extraer 10 g de muestra (colocada en cartucho de papel de filtro) en el aparato de Soxhlet durante cuatro horas con cloroformo p.a.
2. Evaporar el cloroformo en cápsula de platino. Añadir 5 ml de cloroformo p. a. y proceder como en (c) omitiendo el paso (1).

(b)

1. Tomar 7.5 g de muestra, añadir 2,5 ml de agua destilada y 70 ml de alcohol. Agitar.
2. Mantener sobre baño de agua caliente durante quince minutos reponiendo el volumen con alcohol cuando sea necesario.
3. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 4 a un matraz volumétrico de 100 ml.
4. Lavar el residuo con benceno y diluir la solución a 100 ml con benceno.
5. Agitar para emulsionar. Pipetar 50 ml de solución inmediatamente a una cápsula de platino limpia y proceder como (c) omitiendo el paso (1).

(c)

1. Pesar 0,05 g de muestra en cápsula de platino. Añadir 5 ml de cloroformo p. a.
2. Añadir 8 ml de potasa alcohólica al 4 por ciento y evaporar a sequedad en estufa mantenida a 105° C.
3. Carbonizar en mechero Argand y seguidamente incinerar en horno de mufla calentando hasta color rojo oscuro.
4. Cuando la cápsula se haya enfriado, añadir 5 ml de ácido clorhídrico concentrado y evaporar a sequedad.
5. Extraer el residuo con 10 ml de ácido clorhídrico 1 M. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 54 a un matraz volumétrico de 100 ml. Lavar perfectamente el residuo que quede con agua destilada caliente.
6. Neutralizar con hidróxido sódico 1 M usando fenoltaleina como indicador. Diluir hasta la señal de enrase con agua destilada.

Determinación

1. Tomar con pipeta un volumen de la solución preparada que contenga de 5 a 50 ng de fósforo y transferir a un tubo de ebullición de pared resistente. El volumen total debe ser de 5 ml; si es menor añadir el agua destilada que sea necesaria.
2. Añadir, con pipeta de vertido rápido, 1 ml de ácido sulfúrico 10 M, 1 ml de molibdato amónico al 2,5 por ciento y 1 ml de solución de yoduro potásico al 20 por ciento (conteniendo un 0,5 por ciento de carbonato sódico). Agitar.
3. Tapar con bola de vidrio y mantener en baño de agua hirviendo durante quince minutos.
4. Retirar y enfriar en baño de hielo. Añadir suficiente cantidad de sulfito sódico al 0,5 por ciento recientemente preparada para hacer desaparecer el color del yodo y para que exista un ligero exceso.

5. Transferir la solución y diluir a 50 ml en matraz volumétrico o a un volumen menor si es preciso).
6. Medir con el absorciómetro Spekker la intensidad del color de la solución usando cubeta de vidrio de 1 cm y filtro Ilford 608.
7. Comprobar el absorciómetro poniendo en la cubeta agua destilada.
8. Calcular el contenido en fósforo mediante una curva de referencia previamente preparada con una solución patrón de fósforo. Esta solución puede prepararse disolviendo 4,388 g de fosfato ácido de potásico p. a. en agua destilada, añadiendo 2 ml de ácido sulfúrico concentrado y diluyendo a un litro en matraz volumétrico. La solución contiene 1000 μg de fósforo por ml. Concentraciones más bajas pueden obtenerse por dilución. Con fines de comparación, en una serie de ensayos 1 μg de fósforo/ml dio en el absorciómetro Spekker una lectura de 0,285.

Notas:
1. Adaptado del método de Holman, W. I. M., *Biochem J.* 1943, *37*, 256-9.
2. Fósforo multiplicado por 25,5 igual a contenido en lecitina.

FRACCION INSAPONIFICABLE F8

1. Pesar en un matraz de reflujo 2,5 g de muestra.
2. Saponificar mediante ebullición bajo reflujo con 25 ml de solución alcohólica de hidróxido potásico 0,5 M durante una hora.
3. Enfriar y transferir los contenidos del matraz de reflujo a un embudo de separación utilizando 50 ml de agua como máximo.
4. Extraer con éter etílico.
5. Repetir la extracción otras dos veces y recoger el solvente orgánico en otro embudo de separación.
6. Lavar la capa de éter con tres alícuotas de solución acuosa de hidróxido potásico 0,5 M y otras dos veces con agua destilada.
7. Evaporar el éter etílico a sequedad añadiendo pequeñas cantidades de acetona para acelerar la evaporación.
8. Mantener a 80° C durante un corto periodo de tiempo para eliminar los últimos residuos de solvente.
9. Disolver el residuo en 10 ml de alcohol neutralizado.
10. Titular con hidróxido sódico 0,1 M utilizando fenoltaleina como indicador.

GLIADINA G1

1. Pesar 4 g de muestra en un erlenmeyer, añadir 100 ml de etanol al

70 por ciento y cerrarlo herméticamente con tapón de corcho agitando a intervalos periódicos. (El tapón debe recubrirse con papel de aluminio o estaño).
2. Dejar la muestra en reposo durante al menos cinco horas o mejor durante la noche.
3. Filtrar a través de un filtro desecado y lavar perfectamente el precipitado con etanol al 70 por ciento, recogiendo el líquido en matraz volumétrico de 200 ml.
4. Diluir hasta la señal de enrase y, después de mezclar, tomar alícuotas de 50 ml, evaporarlas y, seguidamente, determinar el contenido en nitrógeno por el procedimiento descrito en el método N2.

Nota: La proteina soluble en alcohol (gliadina) se calcula multiplicando la cantidad de nitrógeno por 5,7.

GLUTEN (BRUTO) G2

1. Mezclar con la ayuda de una espátula 100 g de muestra y 100 ml de agua en una cápsula de evaporación de gran tamaño.
2. Añadir otros 500 ml de agua y mezclar durante 3-4 minutos.
3. Dejar en reposo durante una hora.
4. Decantar el líquido a través de un filtro de seda fina.
5. Arrastrar el residuo del filtro hacia la cápsula que contiene el resto de la muestra. Repetir dos veces más la extracción con agua. Omitir la reincorporación del almidón durante la última extracción.
6. Transferir la masa a una cápsula de evaporación previamente pesada y comprimir el residuo tan compactamente como sea posible.
7. Desecar a 105° C durante seis horas.

GLUTENINA G3

1. Mezclar 8 g de muestra con 50 ml de agua destilada en un matraz de Kohlraush y añadir, mientras se agita, 5 ml de solución de hidróxido sódico 1 M.
2. Agitar frecuentemente durante una hora y después añadir (agitando) 50 ml de metanol.
3. Diluir a 205 ml y mezclar.
4. Dejar sedimentar la materia insoluble y filtrar la solución decantada usando papel de filtro Whatman número 54.
5. Tomar una alícuota de 50 ml y transferirla a un tubo de centrifuga de gran tamaño conteniendo una base de lana de algodón. Añadir clorhídrico 0,1 M hasta ajustar el pH a 6,4 a juzgar por el cambio de color del indicador azul de bromometilo.

6. Dejar reposar durante una hora y centrifugar. Tomar la capa superior con pipeta de succión.
7. Transferir algodón y precipitado a un matraz de Kjeldahl y determinar el contenido en nitrógeno como se describe en el método número N2.
8. Realizar una determinación en blanco con la lana de algodón y hacer la deducción correspondiente.

Nota: El porcentaje de glutenina viene dado por el contenido en nitrógeno multiplicado por 5,7.

GRADO DE PARDEAMIENTO G4

1. Extraer muestras de 4 g del material problema con 100 ml de etanol del 60 por ciento p. a. durante doce horas.
2. Filtrar y leer en colorímetro fotoeléctrico el valor de la extinción a una longitud de onda de 400 nm usando como blanco etanol absoluto.
3. Las muestras que contienen clorofila deben tratarse previamente agitando el extracto etanólico con tres alícuotas de 50 ml de benceno.

GRADO DE RESISTENCIA

(Agar) G5

1. Pesar cantidades de 2,5 g y 5,0 g de muestra y transferir cuantitativamente a vasos de precipitados de un litro de capacidad conteniendo 500 ml de agua destilada (dejar el agar desmenuzado en remojo durante la noche).
2. Hervir la mezcla a fuego lento durante cinco minutos y a continuación añadir más agua hasta que el peso total de la solución sea de 500 (± 0,5 g). Es preciso agitar regularmente.
3. Verter el agar en bandejas de 7,5 cm x 5,0 cm. En esta operación la temperatura no debe descender por debajo de 50° C.
4. Cubrir las bandejas con láminas de politeno de 5 cm de anchura.
5. Permitir solidificar el gel dejando reposar las bandejas en baño de agua corriente.
6. Guardar las bandejas con su contenido durante la noche a 5° C.
7. Sacar las bandejas del refrigerador y, después de quitar las tapas de politeno, ensayar con el "F. I. R. A. jelly tester" de la manera siguiente:
   (*a*) comprobar que la entrada de agua es de 100 ml min^{-1}.
   (*b*) insertar la espátula en el gel.
   (*c*) introducir agua en el depósito.

(*d*) cortar la entrada de agua cuando la deflexión de la espátula sea de 20° C.
(*e*) comprobar el peso del agua y comprobar que la temperatura del gel no excede de 8° C.
(*f*) repetir la operación poniendo agua en la bandeja

Notas:

1. El método corresponde al descrito por Jones, N. R., *Analyst*, 1956, *81*, 243-4.
2. El "F. I. R. A. jelly tester" es suministrado por Messrs H. A. Gaydon and Co. Limited, Lansdowne Road, Croydon, Surrey.
3. Resistencia del gel = peso del agua que produce una deflexión de la espátula de 20° en gel de agar - peso del agua requerida en la determinación en blanco. A partir de este resultado calcular la concentración de gel requerida para que la resistencia sea de 75 g.

$$\text{Grado de resistencia del agar} = \frac{100}{\text{concentración del gel de 75 g.}}$$

4. Una deflexión de 30° debe usarse en las pruebas con gelatina y pectina.

GRASA G6a-i

(a)

1. Colocar una cápsula de níquel o acero inoxidable, conteniendo 20 g de arena lavada con ácido o celita y un agitador de varilla de vidrio, en estufa mantenida a 105° C durante una hora.
2. Colocar la cápsula en desecador y, una vez fría, pesarla.
3. Añadir 5 g de muestra y pesar.
4. Colocar la cápsula con su contenido sobre baño de agua caliente. Añadir agua y mezclar. Seguir calentando hasta que la muestra y el material de soporte se hallen perfectamente desecados. Para obtener una mezcla que fluya libremente es necesario agitar continuamente la mezcla.
5. Colocar de nuevo la cápsula en la estufa y desecar durante tres horas. Pesar y colocar nuevamente en la estufa durante otros treinta minutos. Volver a pesar. Las pesadas no deben diferir significativamente o, en caso contrario, es necesario un posterior período de desecación.
6. La pérdida de peso puede servir para calcular el contenido en humedad de la muestra.
7. Transferir cuidadosamente la mezcla de muestra y material de so-

porte a un cartucho de papel de filtro y tapar el extremo del cartucho con lana de algodón libre de grasa. Colocar el cartucho con su contenido en la cámara central con sifón del aparato de Soxhlet. En lugar del cartucho de extracción puede utilizarse un cilindro hecho con papel de filtro Whatman número 50.

8. Secar de la estufa un matraz de cuello esmerilado de 250 ml de capacidad y, después de enfriarlo en desecador, pesarlo.
9. Poner en el matraz 40 ml de éter de petróleo p. a. y 40 ml de éter dietílico p. a. y ensamblar en el aparato de Soxhlet.
10. Extraer a reflujo durante cinco horas.
11. Destilar la mezcla de éter y colocar el matraz con su contenido en estufa a 105° C. Desecar durante tres horas.
12. Enfriar el matraz y su contenido en desecador y, una vez frío, pesar.
13. Volver a colocar el matraz y su contenido en la estufa y, pasados treinta minutos, comprobar de nuevo el peso para cerciorarse que no se ha producido cambio de peso.
14. El contenido en grasa puede calcularse a partir del peso de la sustancia contenida en el matraz.

(b)

1. Pesar directamente en un cartucho de extracción 5 g de muestra pulverulenta y tapar la boca del cartucho con lana de algodón exenta de grasa. Colocar el cartucho y su contenido en la cámara central con sifón del aparato de Soxhlet.
2. Sacar de la estufa de desecación un matraz de cuello esmerilado de 250 ml y, después de enfriarlo en desecador, pesarlo.
3. Colocar en el matraz 40 ml de éter de petróleo p. a. y 40 ml de éter dietílico p. a. y adaptar el matraz al aparato de Soxhlet.
4. Extraer a reflujo durante cinco horas.
5. Destilar la mezcla de éter y colocar el matraz y su contenido en estufa a 105° C.
6. Desecar durante tres horas, enfriar matraz y contenido en desecador y, después de enfriarlo, pesar.
7. Volver a colocar el matraz y su contenido en la estufa y, pasados treinta minutos, comprobar que no ha perdido peso.
8. El contenido en grasa puede calcularse a partir del peso de la sustancia contenida en el matraz.

(c)

1. Como en (b), pero usando cloroformo en lugar de la mezcla de éter.

(d)

1. Como en (b) pero usando éter de petróleo en lugar de la mezcla de éter.

(e)

1. Pesar 10 g de muestra en un erlenmeyer de 250 ml y añadir 2 ml de etanol y 8 ml de agua. Disolver o dispersar la muestra.
2. Añadir 4 ml de ácido clorhídrico concentrado y mantener a 70° C durante treinta minutos. Enfriar.
3. Añadir 25 ml de éter de petróleo p. a. y 25 ml de éter dietílico p. a. Agitar ligeramente el matraz.
4. Dejar en reposo para permitir que las capas se separen.
5. Decantar a un matraz previamente desecado y pesado la capa mixta de éter.
6. Repetir el tratamiento con la mezcla de éter dos veces más, combinando los extractos etéreos decantados.
7. Destilar la mezcla de éter.
8. Desecar el matraz en estufa durante tres horas y, después de enfriado en desecador, pesarlo. Comprobar que todo el éter ha sido eliminado desecando y pesando posteriormente.
9. Calcular el contenido en grasa a partir del peso de la sustancia en el matraz.

(f)

1. Añadir 1,5 ml de amoníaco 0,880, 2 ml de etanol y 4,5 ml de agua destilada a una muestra de 3 g colocada en un tubo largo de ebullición.
2. Cerrar el tubo con tapón de corcho y agitar (con ligero calentamiento) hasta que la muestra se encuentra uniformemente dispersada. Periodicamente dejar escapar la presión. Enfriar.
3. Añadir 25 ml de éter dietílico p. a. y 25 ml de éter de petróleo p. a. y extraer agitando suavemente.
4. Dejar separar. Sifonar la capa mixta de éter a un matraz previamente pesado.
5. Repetir la adición de la mezcla de éter dos veces más, combinando las capas claras de la parte superior.
6. Evaporar la capa de éter.
7. Desecar el matraz en estufa durante tres horas y, después de enfriar en desecador, pesar. Comprobar que todo el éter ha sido eliminado desecando y pesando posteriormente.
8. Calcular el contenido en grasa a partir del peso de la sustancia contenida en el matraz.

(g)

1. Cuando la muestra posea un alto contenido graso, calcular éste deduciendo de 100,0 la suma de todos los componentes restantes.

Notas:

1. En las determinaciones de grasa usar éter dietílico y éter de petróleo anhidros.
2. Remojar los tapones de corcho en agua para evitar pérdidas de éter.
3. Las emulsiones de los solventes pueden romperse por centrifugación.
4. Un procedimiento alternativo para desecar la grasa a temperatura elevada es mantenerla a 70° C durante dieciseis horas.

(h)

Carne, pescado y mezclas pulverulentas crudas y cocinadas

1. Pesar 45 g de muestra y transferir a la cámara de extracción de un analizador de grasa "Foss-Let" (Foss Electrics, York, England).
2. Añadir un volumen de tetracloroetileno previamente fijado (aproximadamente 120 ml) desde el repartidor - si se utilizan muestras húmedas es necesario añadir también 50 g de sulfato cálcico.
3. Insertar la tara de que viene provisto con el aparato y fijar la tapa de la cámara de extracción.
4. Colocar la cámara de extracción sobre el reactor y aplicar presión vibratoria durante 2 minutos.
5. Quitar la tapa y filtrar el solvente (que contendrá la grasa disuelta) a la unidad de medida.
6. Ajustar el control de la temperatura de forma que el filtrado alcance los 37° C ± 0,02° C, ajustar el campo magnético por referencia al potenciómetro y anotar el punto de equilibrio.
7. Calcular el contenido en grasa por referencia a una curva de calibración obtenida con lecturas de muestras cuyos contenidos en grasa se han determinado previamente en aparato de Soxhlet.

Notas:

1. La medida se basa en la variación de la densidad obtenida con diferentes mezclas grasa/solvente.
2. Un informe detallando los resultados obtenidos con muchos productos alimenticios comparado con los obtenidos por otros métodos ha sido publicado por Usher, C. D. *et al.*, 1973, *J. Fd. Tech., 8,* 429-437.

(i)

1. Pesar exactamente 10 g de muestra en un cartucho de extracción de Soxhlet hecho con papel de filtro de grado fino y añadir arena seca, lavada y libre de grasa.
2. Mezclar la arena y la muestra con una varilla de vidrio y posterior-

mente lavar la varilla con éter de petróleo de forma tal que el solvente del lavado caiga en el interior del cartucho evitando que el filtrado penetre en el interior del matraz de reflujo tarado.

3. Continuar como en el método G6b y añadiendo más éter de petróleo si es necesario.

HIDROXIPROLINA H1

1. Preparar a partir de 50 mg de material exento de grasa hidrolizados de proteinas con 1,0 ml de ácido clorhídrico 6 M en tubos herméticamente cerrados y sometidos a una presión en autoclave de 50 lb.
2. Neutralizar y diluir a 10 ml con agua destilada en matraz volumétrico.
3. Filtrar y continuar como en el paso 5.

ó

4. Someter a reflujo durante 24 horas una muestra de 50 a 60 mg exenta de grasa con 5 ml de ácido clorhídrico 6 M en un matraz Kjeldahl conectado a un condensador dispuesto verticalmente y continuar como en el paso 2.
5. Poner en nueve tubos de ensayo de 150 x 18 mm las soluciones siguientes:

tubo *a* - 1 ml de agua destilada
tubo *b* - 1 ml de solución patrón conteniendo 5γ de hidroxiprolina
tubo *c* - 1 ml de solución patrón conteniendo 5γ de hidroxiprolina
tubo *d* - 1 ml de solución patrón conteniendo 10γ de hidroxiprolina
tubo *e* - 1 ml de solución patrón conteniendo 10γ de hidroxiprolina
tubo *f* - 1 ml de solución patrón conteniendo 15γ de hidroxiprolina
tubo *g* - 1 ml de solución patrón conteniendo 15γ de hidroxiprolina
tubo *h* - 1 ml de la solución problema
tubo *i* - 1 ml de la solución problema

6. Añadir a cada tubo los volúmenes siguientes:
   1 ml de sulfato de cobre 0,01 M
   1 ml de hidróxido sódico 1 M
   1 ml de peróxido de hidrógeno al 6 por ciento
7. Mezclar por rotación, tapar con tapón de corcho y agitar durante 5 minutos.

8. Mantener los tubos durante cinco minutos en un baño de agua a 80° C agitándolos a intervalos frecuentes.
9. Retirar los tubos del baño y enfriarlos en un baño de hielo.
10. Retirar el tapón de corcho y añadir 4 ml de ácido sulfúrico 3,0 M. Agitar para mezclar.
11. Añadir 2 ml de la solución de *p*-dimetiaminobenzaldehido (al 5 por ciento en *n*-propanol). Agitar para mezclar.
12. Dejar los tubos en reposo durante dieciseis minutos en un baño de agua a 70° C.
13. Retirar los tubos y enfriarlos a temperatura ambiente.
14. Determinar la absorción en un espectrofotómetro utilizando un filtro con la máxima transmisión en las proximidades de 540 nm (Ilford 605).
15. Comparar el resultado frente a una curva construida con cantidades conocidas de hidroxiprolina.

Notas:

1. Método adaptado de
   (*a*) Neuman, R. E. y M. A. Logan, 1959, *J. Bio. Chem., 184,* 299-306.
   (*b*) Ortz, P. J. 1950, *J. Bio Chem., 187,* 733-742.
2. El contenido en hidroxiprolina viene dado por la relación:

$$\frac{\text{microgramos de hidroxiprolina en 1 ml x 100}}{\text{microgramos de hidroxiprolina en la solución problema}}$$

HUEVO EN POLVO H2

1. Tomar 10 g de muestra y determinar el contenido en fósforo como se describe en la sección correspondiente.
2. Hacer la corrección adecuada teniendo en cuenta el contenido en fósforo de la harina de trigo (puede suponerse que la harina de trigo del 100 por ciento contiene por término medio un 0,030 por ciento de fósforo).

Nota: Huevos completos desecados al aire = 191 x fósforo.

HUMEDAD RELATIVA EN EQUILIBRIO H3

1. Preparar una serie de soluciones saturadas que cubra el debido márgen de H. R. E. Dichas soluciones pueden ser:

Sal	*H.R.E. por ciento*
acetato potásico	22,9
cloruro magnésico	33,0
carbonato potásico	44,0
nitrato magnésico	54,3
nitrito sódico	65,0
cloruro sódico	75,0
sulfato amónico	81,0
cromato potásico	87,0
fosfato dihidrógeno amónico	93,2

2. Colocar cada una de estas soluciones en un desecador y dejar durante una noche para que la atmósfera se equilibre.
3. Pesar porciones de muestra, con una área superficial aproximadamente similar, en cápsula de níquel o acero inoxidable.
4. Colocar una cápsula con la muestra dentro de cada uno de los desecadores.
5. Sacarla cada quince minutos y pesarlas.
6. Representar el cambio de peso en mg frente a la humedad relativa. La humedad relativa en equilibrio de la muestra viene dada por el punto en el que aparentemente no existe ganancia ni pérdida de humedad.

IDENTIFICACION DE GOMAS I1

Procedimiento de extracción

1. Añadir 10 ml de agua destilada a 20 g de muestra y hervir.
2. Añadir 2 ml de ácido acético al 10 por ciento. Hervir y añadir 20 g de sílica gel. Filtrar.
3. Añadir al filtrado 30 ml de etanol del 95 por ciento si el producto era sólido o 50 ml de etanol del 95 por ciento si la muestra problema era líquida.
4. Añadir 3 ml de solución etanólica de hidróxido potásico al 5 por ciento.
5. Centrifugar. Desecar la goma residual y someter a ensayo.

Solución de ensayo	*Goma arábiga*	*Goma tragacanto*	*Agar*	*"Locust bean "*
1. Acetato básico de plomo diluido	Precipitado blanco	Precipitado voluminoso	Precipitado voluminoso	Precipitado voluminoso
2. Mezclar con solución de sulfito de cobre, añadir hidróxido sódico	Precipitado azul, capa líquida incolora			
3. Solución de Nessler al 35 por ciento	Precipita al alcanzar el punto de ebullición			
4. Acido tánico al 10 por ciento	No precipita	No precipita	No precipita	No precipita
5 Acido sulfúrico concentrado	No cambia	Precipita al calentar	La solución se clarifica	Precipita
6. Cloruro férrico al 5 por ciento	Precipitado soluble en exceso	Gelatiniza	Gelatiniza	Precipita
7. Hidróxido potásico al 10 por ciento	Solución debilmente amarilla	Precipitado amarillo	La solución se clarifica	Ligero precipitado

IDENTIFICACION DE PROTEINAS I2

Proteína de trigo: por microscopía
Gelatina: precipitación con solución de tanino
ácido pícrico
ácido fosfotúngstico
no precipitación con acetato de plomo
sulfato de cobre
cloruro férrico
Albúmina de huevo: precipitación con solución de tanino
ácido pícrico
ácido fosfotúngstico
acetato de plomo (ligera)
coagula cuando se calienta por encima de 65° C

IMPUREZAS CEREAS I3

1. Extender una pequeña cantidad de muestra sobre un papel de filtro adecuado.
2. Cubrir con otro papel de filtro.
3. Incluir los dos papeles con la muestra entre dos placas metálicas calentadas (100° C - 110° C) y colocar en una estufa (100° C - 110° C).
4. Mantener en la estufa durante diez minutos, retirar y examinar la presencia de alguna mancha grasienta en el papel de filtro.

INDICE DE YODO I4

1. Preparar solución de Wiji de la forma siguiente: disolver 8 g de tricloruro de yodo en 200 ml de ácido acético glacial y mezclar con 9 g de yodo disueltos en 400 ml de ácido acético glacial. Diluir a 1000 ml con ácido acético glacial. Esta solución puede adquirirse ya preparada.
2. Pesar 0,1-0,6 g de muestra en erlenmeyer con tapón de vidrio y 250 ml de capacidad y añadir 10 ml de tetracloruro de carbono.
3. Añadir 25 ml de solución de Wiji y dejar en lugar oscuro durante treinta minutos. El tapón debe humedecerse con solución de yoduro potásico al 10 por ciento.
4. Añadir 15 ml de solución de yoduro potásico al 10 por ciento y 100 ml de agua destilada.
5. Titular con tiosulfato sódico 0,1 M añadiendo como indicador solución de almidón recién preparada cuando se aproxime al punto final (título *s*).
6. Realizar una determinación en blanco omitiendo la grasa (título *w*).

Notas:

1. $\text{Indice de yodo} = \dfrac{(w - s) \times 0{,}01269 \times 100}{\text{peso de la muestra tomada}}$
2. Cuanto mayor sea el índice de yodo tanto mayor es el grado de insaturación de la grasa.

INDICE DE PEROXIDOS I5

1. Pesar con exactitud 1 g de muestra fundida, bien mezclada, en un tubo de ensayo de paredes gruesas de 27 x 2 cm.
2. Añadir 1 g de yoduro potásico p. a., finamente molido y 20 ml de una solución mixta de ácido acético glacial: cloroformo (2:1).
3. Agitar hasta que toda la grasa se disuelva.

4. Cerrar el tubo con tapón de goma atravesado por dos tubos de vidrio ambos con llaves de paso de vidrio.
5. Pasar dióxido de carbono a través de la solución durante diez minutos.
6. Abrir las llaves de paso y colocar el tubo en baño de agua hirviendo. Cuando se observe que el vapor de cloroformo escapa del tubo cerrar las llaves y enfriar rápidamente.
7. Titular el yodo liberado con tiosulfato sódico 0,002 M usando como indicador solución acuosa de almidón al 1 por ciento recientemente preparada.
8. Realizar una determinación en blanco con los reactivos y deducirla de la titulación de la muestra.
9. Expresar los resultados en ml de tiosulfato sódico 0,002 M por g de muestra.

INDICE DE REFRACCION I6

1. Hacer circular agua a la temperatura deseada, generalmente 20° C, a través de los prismas del refractómetro de Abbé.
2. Comprobar que el refractómetro da una lectura correcta del índice de refracción del agua destilada a 20° C (1,3330). Comprobar las lecturas dadas por dos líquidos orgánicos puros cuyo índices de refracción se hallen dentro de los márgenes del de la muestra problema. Si las lecturas difieren de los valores reales corregir el instrumento usando el mando correspondiente del aparato.
3. Extender la muestra sobre el prisma bien limpio y leer el índice de refracción.
4. Si se trata de una pasta que contiene cristales iluminar por reflexión.

Notas:

1. La limpieza tiene que efectuarse usando solamente agua tibia. El prisma debe desecarse perfectamente antes del uso con un paño blando por ejemplo de muselina. Los paños bastos rayan los prismas.
2. El uso del refractómetro se describe en la Sección III, (4) y en las Tablas XVII y XVIII se dan los índices de refracción para la sacarosa.

INDICES DE REICHERT, POLENSKE Y KIRSCHNER

(Determinación de ácidos grasos volátiles) I7

Preparación

1. Calentar la muestra (sin pasar de 50° C) hasta que la grasa se separe.
2. Filtrar la grasa a través de papel de filtro seco hasta clarificarla. Mezclar.

Determinación

1. Pesar 5 g (± 0,01)de muestra de grasa en un matraz de Polenske. Realizar simultáneamente una determinación en blanco con los productos químicos.
2. Añadir 20 g de glicerol p. a. y 2 ml de solución de hidróxido sódico al 50 por ciento (p_o/p_o). Proteger al álcali de la bureta de la captación de dióxido de carbono, comprobar que el pico de la bureta carece de depósitos de carbonato y despreciar el primer 0,5 ml de sosa cáustica.
3. Calentar, agitando, sobre una llama baja de bunsen hasta que el líquido clarifique y la grasa haya sido saponificada. Procurar que la temperatura no se eleve demasiado y cause un cambio de coloración excesivo. Cuando toda la grasa haya saponificado cubrir la boca del matraz con una bola de reflujo como las que se utilizan con los matraces de Kjeldahl.
4. Añadir 93 ml de agua destilada cuyo dióxido de carbono se ha eliminado por ebullición. La solución debe estar clara y su color no debe pasar de amarillo pálido.
5. Añadir 0,1 g de polvo de piedra pómez (cuyo tamaño de partícula sea del tamaño de malla BS, 50 y BS, 90), y 50 ml de solución diluida (25 ml/1000 ml) de ácido sulfúrico. Conectar el aparato de destilación que se muestra en la Figura 3.
6. Calentar la muestra hasta que funda todo el material insoluble que pueda haber presente. Aumentar el calentamiento y destilar 110 ml de solución en un tiempo comprendido entre diecinueve y veintiún minutos.
7. Interrumpir el calentamiento y desconectar el matraz de ebullición y el matraz colector. Colocar vasos de precipitados para recoger el líquido que pueda gotear por los extremos del condensador.
8. Dejar reposar el matraz volumétrico, estando tapado en baño de agua a 15° C durante diez minutos.
9. Mezclar y filtrar a través de papel de filtro Whatman número 4 de 9 cm.

10. Lavar el condensador, la bola de retención de gotas y el matraz volumétrico de 110 ml con tres alícuotas de 15 ml de agua destilada. Filtrar a través del mismo papel de filtro asegurando que toda la materia insoluble se transfiere al papel de filtro.
11. Disolver la materia insoluble con tres alicuotas de 15 ml de alcohol neutro recogiendo el filtrado en el mismo matraz volumétrico de 110 ml.

Indice Reichert

12. Tomar 100 ml de filtrado del paso (9) y colocarlos en erlenmeyer de 250 ml en estado seco.
13. Titular con hidróxido bárico 0,05 M.
14. Anotar el título de la muestra con el símbolo t_r y el del blanco con el símbolo t_b.

Indice de Polenske

15. Titular la solución del paso (11) con hidróxido bárico 0,05 M usando fenoltaleina como indicador.
16. Anotar el título de la muestra con el símbolo t_p y el del blanco con el símbolo t_c.

Indice de Kirschner

17. Añadir 0,5 g de sulfato de plata finamente molido a la solución del paso (3).

Matraz	Graduado a 100 y 110 ml.
Condensador	52 cm de longitud total 30 cm de longitud refrigerante. 7 cm de tubo de entrada.
Cabeza de destilación	10,7 cm de diámetro 18 cm de longitud.

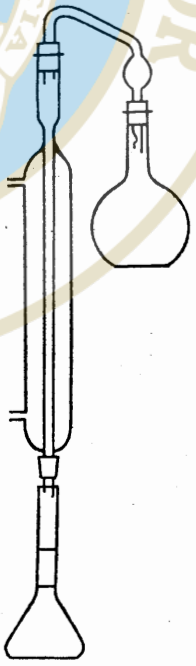


Fig. 3. Dimensiones del aparato para la determinación de los índices de Reichert, Polenske y Kirschner.

18. Dejar en la oscuridad durante una hora agitando intermitentemente. Filtrar a través de un papel de filtro Whatman número 4 en estado seco.
19. Colocar 100 ml de filtrado en matraz de Polenske limpio y seco. Añadir 35 ml de agua destilada fría que previamente ha sido hervida para liberarla de dióxido de carbono, 10 ml de ácido sulfúrico diluido (ver el paso 5) y 0,1 g de polvo de piedra pómez. Conectar al aparato de destilación.
20. Destilar 110 ml entre diecinueve y veintiún minutos.
21. Repetir los pasos (7), (9), (12) y (13).
22. Anotar el título de la muestra y del blanco con los símbolos t_k y t_d respectivamente.

Notas:

1. Referencia del método, *Analyst*, 1936, *61*, 404, B. S. 769, 1952.
2. Indice de Reichert = $1{,}1\ (t_r - t_b)$.
3. Indice de Polenske = $(t_p - t_c)$.
4. Indice de Kirschner = $(t_k - t_d)\ \dfrac{[100 + (t_r - t_b)]\ 121}{10.000}$
5. En lugar de hidróxido bárico 0,05 M puede usarse hidróxido sódico 0,1 M si no se va a determinar el índice de Kirschner.
6. Los índices de Polenske y de Reichert son afectados por las bajas presiones barométricas que existan a elevadas altitudes. Ambos índices pueden ser corregidos en tales casos de la forma siguiente:

   Correción del índice de Reichert =

   $$= 10\ \frac{(\text{valor observado} - 10)\ \log 760}{\log p}$$

   Correción del índice de Polenske =

   $$= \text{valor observado}\ \ \frac{(760 - 45)}{p - 45}$$

   fórmulas en las que p = presión barométrica en mm de mercurio.
7. Un método semi-micro para obtener estos índices ha sido descrito por Dyer, *Analyst*, 1941, *66*, 355.

INDICE DE SAPONIFICACION I8

1. Pesar 1 g de muestra en matraz de fondo plano de 250 ml dotado de boca esmerilada.
2. Añadir con pipeta aproximadamente 25 ml de solución alcohólica de hidróxido potásico 0,5 M y también unos pequeños fragmentos de porcelana, piedra pómez o algunas perlas de vidrio.
3. Conectar el matraz a un condensador de aire de 202 cm de longitud y dejar la mezcla a reflujo durante cuatro horas. Agitar la muestra a intervalos frecuentes.
4. Titular la solución en blanco y la solución en estado caliente frente a ácido clorhídrico 0,1 M usando fenoltaleina como indicador.

Notas: 1. Indice de saponificación =

$$= \frac{28{,}05\ (\text{título del blanco} - \text{título de la muestra})}{\text{peso tomado, en g}}$$

2. Si el índice de saponificación es alto, será necesario tomar menos cantidad de muestra.

JABONES J1

1. Disolver 10 g de muestra en 100 ml de éter de petróleo p. a. y transferir la solución a un embudo de separación de 500 ml lavando con otros 150 ml de éter de petróleo.
2. Extraer la solución etérea con tres alícuotas de 25 ml de agua.
3. Combinar los tres extractos.
4. Extraer la solución etérea dos veces con alícuotas de 25,0 ml de hidróxido sódico 0,1 M y combinar estos extractos con el extracto acuoso.
5. Volver a extraer la solución etérea con agua hasta que en el líquido de los lavados deje de detectarse sosa caústica. Combinar estos extractos con los anteriores.
6. Acidificar los extractos combinados con ácido sulfúrico 1 M usando anaranjado de metilo como indicador.
7. Extraer la fracción acidificada con tres alícuotas de 75 ml de éter dietílico p. a.
8. Combinar los extractos etéreos en matraz previamente pesado y destilar el éter.
9. Añadir 30 ml de acetona, calentar y destilar la acetona, usando aire para facilitar la evaporación del solvente.
10. Repetir la extracción con acetona.
11. Desecar el matraz en estufa a 105° C. Pesar.
12. Calcular el peso de los jabones presentes en la muestra.

LACTOSA L1

1. Agitar durante treinta minutos 25 g de muestra con 300 ml de agua destilada caliente en un matraz volumétrico de 500 ml.
2. Enfriar a 20°C y diluir hasta la señal de enrase. Filtrar.
3. Pipetar 250 ml de filtrado a un matraz volumétrico de 500 ml y diluir con etanol del 95 por ciento. Agitar intermitentemente durante quince minutos.
4. Tomar 250 ml y evaporar el alcohol sobre una placa caliente, añadiendo algunas perlas de vidrio para controlar la ebullición.
5. Usando la mínima cantidad de agua posible, transferir la solución a un matraz volumétrico de 200 ml. Añadir 0,25 g de amilasa pancreática y mantener el matraz y su contenido a 55° C durante treinta minutos.
6. Calentar hasta ebullición y, a continuación, enfriar rapidamente a 20° C. Añadir 10 ml de una solución al 25 por ciento de levadura de panadería lavada.
7. Tapar el matraz con algodón y mantener a 28° C durante dieciocho horas.
8. Transferir a un tubo de centrifuga y separar el precipitado por centrifugación.
9. Tomar la capa líquida y reducir el volumen por evaporación hasta 25 ml. Transferir a un matraz graduado de 100 ml.
10. Añadir 10 ml de solución saturada y neutra de acetato de plomo. Diluir hasta la señal de enrase y centrifugar la solución.
11. Pipetar 80 ml a un matraz volumétrico de 100 ml y añadir 2,5 ml de solución de cloruro mercúrico (II) al 5 por ciento. Dejar en reposo durante treinta minutos. Permitir que sedimente y a continuación añadir 10 ml de solución de ácido fosfotúngstico al 20 por ciento. Diluir hasta la señal de enrase. Filtrar.
12. Determinar el contenido en lactosa usando un método adecuado a pequeñas cantidades de azúcar reductor. El método de Luff es satisfactorio y se describe en el método C28b.

Notas:

1. El resultado tiene que multiplicarse por 0,97 para corregir la pérdida por fermentación.
2. La lactosa multiplicada por dos permite calcular el contenido en componentes sólidos no grasos de la leche.

LEVULOSA L2

1. Preparar una solución al 1 por ciento del producto clarificado.
2. Pipetar 20 ml de esta solución (o una cantidad menor diluida a 20 ml con agua destilada) a un erlenmeyer de 250 ml.

3. Añadir 5 ml de solución de yodo. Esta solución se prepara disolviendo 13 g de yodo p. a. y 15 g de yoduro potásico p. a. en 30 ml de agua destilada a la que se añaden 6 ml de una solución mixta 2 M de carbonato sódico-hidróxido sódico, y diluyendo el total a 100 ml.
4. Agitar intermitentemente durante diez minutos.
5. Acidificar con 1,6 ml de ácido sulfúrico 5 M.
6. Titular el yodo liberado con sulfito sódico al 20 por ciento hasta aparición de color pajizo pálido. (Clarificar con sulfito sódico al 2 por ciento).
7. Añadir indicador anaranjado de metilo y neutralizar con la mezcla alcalina 2 M.
8. Añadir 20 ml de la solución de Luff. Esta solución se prepara disolviendo 144 g de carbonato sódico anhidro puro en 400 ml de agua. A esta solución se añaden 50 g de ácido cítrico p. a. disueltos en agua y 25 g de sulfato de cobre cristalino p. a. en 100 ml de agua destilada. A continuación la solución se diluye a un litro con agua destilada y se filtra. Para neutralizar 10 ml de esta solución se deben requerir de 45 a 46 ml de ácido clorhídrico 0,5 M.
9. Calentar la mezcla de solución problema y solución de Luff hasta hacerla hervir en dos minutos y dejar a reflujo durante diez minutos. Enfriar durante cinco minutos.
10. Añadir con pipeta 25 ml de solución mixta de yodato-yoduro. Esta solución se prepara disolviendo 2,7 g de yodato potásico y 30 g de yoduro potásico con agua destilada, añadiendo 10 ml de hidróxido sódico 0,5 M y diludiendo a un litro con agua destilada.
11. Inmediatamente añadir 20 ml de solución acuosa de oxalato potásico a saturación y 20 ml de ácido sulfúrico 2,5 M.
12. Titular con tiosulfato sódico 0,5 M. El punto final de esta titulación viene indicado por la aparición de color púrpura o azul pálido.

Nota: 1. Porcentaje de levulosa $= \dfrac{(T_B - T_S)\ 0{,}00128 \times \text{factor N}}{P}$

P = porcentaje de solución
N = factores para la levulosa dados en el método C28b
T_B = Título del blanco
T_S = Título de la muestra

MAGNESIO M1

1. Lavar la muestra, pelarla y macerarla en un mortero.
2. Someter a reflujo durante treinta minutos 50 g de muestra en 250 ml de etanol del 90 por ciento.

3. Filtrar y lavar el precipitado con etanol del 70 por ciento.
4. Desecar el precipitado en estufa de vacio a 35º C.
5. Tomar muestras duplicadas de 1 g de precipitado e incinerar a 55º C durante dieciseis horas.
6. Añadir dos gotas de ácido sulfúrico y continuar la incineración durante otras cuatro horas.
7. Disolver el residuo en ácido clorhídrico p. a. y transferirlo cuantitativamente a un matraz volumétrico de 50 ml.
8. Añadir suficiente cantidad de solución de cloruro de lantano al 0,1 por ciento (como agente quelante) y determinar el contenido en magnesio en espectrofotómetro de absorción atómica.

Notas:
1. Referencia del método, Warren, A. D. S. y J. S. Woodman, 1973, *J. Sci. Fd. Agric., 24,* 769-777.
2. El calcio también puede determinarse por éste procedimiento (método C6).

MATERIAL DE RELLENO M2

1. Pesar un cartucho de papel de filtro Whatman número 4 de 15 cm, previamente desecado, colocado en un pesasustancias.
2. Colocar en el cartucho 10 g de muestra y tapar con lana de algodón exenta de grasa.
3. Colocar el cartucho con su contenido en vaso de precipitados de forma alta y desecar en estufa a 105º C durante treinta minutos.
4. Colocar el cartucho en la cámara de extracción del aparato de Soxhlet.
5. Extraer con éter de petróleo durante cinco horas.
6. Retirar el cartucho con su contenido y dejarlo al aire para que se evapore el éter.
7. Transferir el cartucho con su contenido al pesasustancias, colocarlo en estufa y desecar a 105º C durante tres horas.
8. Retirar el pesasustancias de la estufa, enfriarlo en desecador y pesar. Repetir la desecación y pesada durante otro periodo para comprobar que no se producen pérdidas de peso.

MATERIA SOLIDA, CONTENIDO EN M3

1. Pesar 100 g de muestra bien mezclada o usar el contenido completo del envase, pesando el contenido por diferencia.
2. Verter la muestra sobre un tamiz cuyo tamaño de malla permita retener toda la materia sólida.
3. Dejar drenar. Despreciar el líquido drenado.
4. Lavar el material retenido por la criba con agua destilada caliente hasta que desapareza la fase líquida de la muestra.

5. Dejar drenar. Desecar la materia sólida durante la noche en aire caliente.
6. Pesar la materia sólida retenida por el támiz.

MEDIDA DEL VACIO DE LOS BOTES DE CONSERVA M4

1. Lavar el exterior del bote con solución detergente débil.
2. Enjuagar, limpiar o enjugar con paño y secar.
3. Poner alcohol sobre la tapa superior y prender con mechero bunsen.
4. Cubrir la tapa superior tratada con placa de petri esterilizada y dejar enfriar.
5. Colocar el bote en el centro de una plataforma metálica que puede ser elevada y descendida lentamente.
6. Suspender un vacuómetro Metal Box Co. modificado con un soporte firme sobre el bote.
7. Ascender la plataforma elevadora hasta que el taladrador perfore el bote.
8. Anotar el vacio del bote.
9. Abrir la entrada de aire dejando que penetre el aire a través de un tapón de algodón.
10. El producto del envase sirve para examen bacteriológico.

Notas:

1. Este método ha sido descrito detalladamente por Dilley, A. E. y J. R. Everton, *Lab. Practice,* 1966, *3, 15,* 318-19.
2. Los vacuómetros pueden adquirirse de la Metal Box Co. Limited, Research Department, Engineering Workshops Section, London W. 3.

MERCURIO M5

1. Oxidar una muestra desecada y pesada mediante calentamiento con una mezcla al 1:1 de ácido nítrico concentrado y agua destilada (PRECAUCION). Ver también nota 5.
2. Reducir el volumen del líquido mediante destilación del ácido a 116° C (PRECAUCION).
3. Añadir una mezcla de 10 partes de ácido nítrico concentrado y 1 parte de ácido sulfúrico concentrado diluido en 10 partes de agua (PRECAUCION).
4. Añadir unas perlas de vidrio para prevenir la ebullición violenta y someter a reflujo (PRECAUCION).
5. Enfriar a temperatura ambiente y seguidamente diluir hasta una concentración aproximada de ácido nítrico 1 M.

6. Añadir con bureta 0,5 ml de una solución diluida de ditizona en cloroformo (preparar una solución al 0,1 por ciento y a partir de ésta preparar una solución de trabajo diluyendo 5 ml en 500 ml de cloroformo).
7. Agitar de 10 a 15 segundos y dejar en reposo para permitir que se separen las capas formadas.
8. Retirar la capa inferior de cloroformo y recogerla en 5 ml de ácido acético 4 M.
9. Repetir las adiciones de ditizona hasta que no se aprecie el color anaranjado-verdoso en la capa del solvente orgánico y aparezca una tonalidad grisácea.
10. Anotar el volumen de ditizona utilizado.
11. Añadir con bureta más cantidad de cloroformo para mantener el mismo volumen constante que el utilizado en la preparación de la curva de calibración.
12. Hacer pasar la solución a través de la lana de vidrio antes de ponerla en la cubeta de 1 cm de camino óptico del espectrofotómetro.
13. Medir la densidad óptica a 485 nm.
14. Calcular la cantidad de mercurio a partir de la curva de calibración obtenida con soluciones patrones (ver notas).

Notas:

1. Una solución patrón de mercurio puede prepararse disolviendo 0,1354 g de cloruro de mercurio (II) en un litro de ácido clorhídrico 0,1 M (1 ml de ésta solución contiene 100 μg de mercurio). Por dilución de 10 ml de la solución anterior en 1 litro se obtiene una concentración de 1 μg por ml.
2. Una solución patrón de mercurio inorgánico, que es estable durante seis meses en refrigeración, se prepara de la forma siguiente: 0,6767 g de cloruro de mercurio se disuelve en suficiente cantidad de ácido sulfúrico al 5 por ciento y a continuación se enrasa a 1000 ml. Seguidamente se toma 1 ml de ésta solución y se diluye con una solución acuosa que contiene por 1000 ml 9,0 g de cloruro sódico, 0,7545 g de sal disódica del ácido etilendiamino tetra-acético (EDTA) y 0,063 g de clorhidrato de L-cisteína.
3. Una solución patrón de metil-mercurio se prepara disolviendo 60,08 mg de cloruro de metil mercurio en 100 ml de acetona y a continuación se toma 1 ml de ésta solución y se diluye a 1000 ml con agua destilada (debido a la volatilización y a la precipitación existe una pérdida constante de metil mercurio en ésta solución).
4. Los métodos se basan en (*a*) 1965, *Analyst,* Lond., 90 526; (*b*) Uthe *et al.,* 1972, *J. Assoc. Agric. Chem., 55,* 582; (*c*) Holak, W., 1972, *J. A. O. A. C., 55,* 741-2; (*d*) Magos, L., 1971, *Analyst, 96,* 847-853.

5. Magos (*loc. cit.*) propuso un método alternativo basado en la rápida conversión del mercurio asociado a compuestos orgánicos a mercurio inorgánico y posteriormente a mercurio atómico (adecuado para la aspiración a la célula de gases del medidor de concentración de vapores de mercurio), utilizando, para ello, un reactivo combinado de cloruro de estaño (II) y cloruro de cadmio.
6. Holak (*loc. cit.*) sugirió que la mejor forma de realizar la digestión consiste en colocar 1 g de material en un frasco de digestión de Teflón, añadir 5 ml de ácido clorhídrico concentrado, cerrar el recipiente con tapón de rosca hermético y llevarlo a una estufa a 150° C hasta su total clarificación.
7. La UK Working Party en el *Monitoring of Foodstuffs for Heavy Metals* (HMSO, 1971 and 1973) señala que la concentración media de mercurio en la dieta se halla en las proximidades de 0,005 mg Kg^{-1} para un consumo diario de 1,5 kg de alimento.
8. El contenido medio en mercurio del atún enlatado se estimó (*loc, cit.*) en 0,2 mg Kg^{-1}, del que el 90 por ciento se encuentra en forma de compuestos de mercurio metilado.
9. El contenido medio global de mercurio en pescados y mariscos se estimó (*loc. cit.*) en 0,08 Kg^{-1} de los que más del 80 por ciento se encuentra en forma de compuestos de mercurio metilado.
10. Las cantidades medias de mercurio, determinadas (*loc. cit.*) sobre un gran número de productos alimenticios, no incluidas en el pescado enlatado y mariscos, fueron de 0,01 mg Kg^{-1} o inferiores.

MICROSCOPIA M6a-d

(a)

1. Calentar la muestra con solución alcohólica de hidróxido potásico al 8 por ciento durante treinta minutos.
2. Añadir una cantidad igual de alcohol, dejar que sedimente y eliminar el líquido por decantación.
3. Lavar el residuo con:
   (*a*) agua destilada caliente
   (*b*) ácido clorhídrico
   (*c*) etanol al 25 por ciento
4. Examinar microscópicamente el residuo con luz polarizada.

(b)

1. Dispersar 0,1 g de muestra en 1 ml de agua destilada o aceite mineral ligero.
2. Transferir una pequeña porción de la solución mixta a un portaobjetos usando un asa de platino. Comprimir con un cubreobjetos el líquido colocado sobre el portaobjetos.
3. Examinar la muestra microscópicamente usando primero lentes de pequeños aumentos y, seguidamente, lentes de grandes aumentos.
4. Volver a examinar el porta usando luz polarizada.
5. Colocar una gota de solución yodo al lado del cubreobjetos. Examinar bajo iluminación normal.

(c)

1. Hervir 5 g de muestra con 100 ml de ácido sulfúrico al 1,25 por ciento durante quince minutos. Enfriar. Decantar el ácido.
2. Añadir 100 ml de solución de hidróxido sódico al 1,25 por ciento. Hervir durante quince minutos. Enfriar y decantar.
4. Mediante un asa de platino colocar una pequeña porción de muestra en un portaobjetos. Añadir una gota de glicerina. Comprimir con un cubreobjetos. Examinar por comparación frente a muestras puras.

(d)

1. Montar la muestra con el líquido de Amann preparado de la forma siguiente: mezclar 20 g de fenol, 20 g de ácido láctico, 40 g de glicerina y 40 ml de agua destilada.

Notas:

1. La detección de fragmentos de insectos se basa en la información obtenida de:
   (*a*) Microscope-analytical methods in the food and drug control, Food and Drug Technical Bulletin No. 1, U. S. Department of Health, Education and Welfare.
   (*b*) Harris, M., *J. A. O. A. C.*, 1960, *43*, 444-60.
   (*c*) Daly, A. W., *J. A. O. A. C.*, 1958, *41*, 206-220.
   (*d*) Jackson, M. M., *J. A. O. A. C.*, 1958, *41*, 460-71.
   (*e*) Ratay, A. F., M.M. Jackson y E.J. Woznick, *J. A. O. A. C.*, 1958, *41*, 472-80.
   (*f*) Ensminger, H. C., G.L. Read y P.T. Ikari, *J. A. O. A. C.*, 1958, *41*, 828-98.
2. Los gránulos de almidón aparecen de color azul a púrpura en presencia de yodo. El azul de metileno al 1 por ciento también puede usarse con tal fín.

3. La desaparición de las cruces característica de la superficie de las células de almidón, cuando la observación se realiza con luz polarizada, indica gelatinización. Cuando el almidón se halla parcialmente gelatinizado se observa considerable hinchamiento con iluminación normal.
4. La adición de solución de hidrato de cloral al 50 por ciento aumenta la capacidad resolutiva.
5. Identificar frente a muestras de naturaleza conocida.

MIEL, ADULTERACIONES CON JARABES DE GLUCOSA M7

Realizar un examen cromatográfico por el método C3b. Las trazas de azúcares superiores indican la presencia de jarabe de glucosa.

NITRITOS N1

1. Pesar 5 g de muestra finamente picada en un vaso de precipitados de 50 ml que contiene una varilla de agitación. La varilla de agitación debe estar dotada de un protector de goma.
2. Añadir 40 ml de agua destilada que justamente ha cesado de hervir. Mezclar perfectamente.
3. Arrastrar con 200 ml de agua destilada caliente a un matraz volumétrico de 500 ml. Comprobar que la transferencia ha sido cuantitativa utilizando el protector de goma de la varilla para arrastrar la muestra adherida a las paredes del vaso de precipitados.
4. Dejar reposar a 20° C durante cinco horas.
5. Añadir 5 ml de solución de cloruro mercúrico a saturación, mezclar y diluir a 500 ml con agua destilada.
6. Filtrar la solución a través de papel de filtro Whatman número 54.
7. Pipetar una cantidad, cuya cuantía se determine experimentalmente, a un matraz volumétrico de 50 ml y añadir 2 ml de una solución de ácido sulfanílico/*alfa*-naftilamina. Esta solución se prepara disolviendo 0,5 g de ácido sulfanílico en 150 ml de ácido acético glacial al 15 por ciento. A esta solución se añaden 0,125 g de *alfa*-naftilamina disueltos en 20 ml de agua destilada hervida; la solución de naftilamina no debe exponerse a la luz.
8. Diluir a 50 ml en el matraz volumétrico.
9. Dejar reposar durante exactamente una hora.
10. Medir la absorbancia a 520 nm usando agua destilada como blanco.
11. Calcular el contenido en nitritos por referencia a una curva de absorbancias preparada con una serie de soluciones patrones de nitrito de plata tratado en solución con cloruro sódico.

Nota: Referencia del método, Kerr, R. H., 1952, *J. A. O. A. C., 8,* 696.

NITROGENO N2

1. Pesar con exactitud 0,5-5,0 g de muestra (dependiendo de su contenido en nitrógeno) en un papel de filtro al que se le ha dado forma de copa.
2. Transferir papel de filtro y contenido a un matraz de Kjeldahl de 300 ml.
3. Añadir 10 g de sulfato potásico cristalino, 0,7 g de óxido de mercurio (II) o 0,65 g de mercurio y, con PRECAUCION, 25 ml de ácido sulfúrico concentrado.
4. Calentar lenta y cuidadosamente para reducir al mínimo la formación de espuma y, seguidamente, aumentar el calentamiento y hervir durante una hora más después de que la solución se clarifique.
5. Dejar enfriar y transferir a un matraz de 500 ml usando agua destilada (PRECAUCION).
6. Conectar el matraz al aparato de destilación; el extremo terminal del condensador debe hallarse sumergido en un erlenmeyer de 500 ml. Este erlenmeyer debe contener 25 ml de ácido sulfúrico 0,05 M y unas gotas de rojo de metilo o bien 25 ml de ácido bórico al 1 por ciento conteniendo unas gotas de indicador rojo de metilo/verde de bromocresol (1 parte de rojo de metilo al 0,2 por ciento y 2 partes de verde de bromocresol al 0,2 por ciento).
7. Añadir unas perlas de vidrio o fragmentos de piedra pómez a la solución digerida y diluida y 80 ml de hidróxido sódico al 50 por ciento. Impedir la formación de espuma con reactivo de silicona anti-espuma. Añadir 1,5 g de polvo de cinc.
8. Destilar durante una o una y media horas. Desconectar el condensador.
9. Retrotitular el destilado combinado y el líquido ácido con hidróxido sódico 0,1 M. Calcular la cantidad equivalente de ácido sulfúrico que ha sido utilizada en la neutralización del amoníaco liberado.
10. Realizar una determinación en blanco con los diversos productos químicos usados en la determinación y deducir este capítulo del título del ácido.

Notas:

1. 1 ml de ácido sulfúrico 0,05 M ≡ 0,0014 g de nitrógeno.
2. Para calcular la cantidad de proteína se multiplica el contenido en nitrógeno por los factores siguientes:

sustancias alimenticias	x 6,25
huevos congelados	x 6,68
gelatina	x 5,55
proteína de la leche	x 6,38
proteína (general)	x 6,25
productos de la soja	x 6,00
harina de trigo	x 5,70

(los factores para los productos cárnicos se dan en el método C29).

3. Cuando se usa mercurio como catalizador, se ha sugerido como medio para romper el complejo amoníaco/mercurio la utilización de tiosulfato sódico al 5 por ciento en solución de sosa caústica al 30 por ciento.
4. Al objeto de mejorar la visualización del cambio de color desde el violeta (ácido) al verde (álcali) pasando por el gris (neutro) puede usarse un indicador que contenga 1 parte de rojo de metilo al 0,2 por ciento y 1 parte de azul de metileno al 0,1 por ciento.
5. Cuando la muestra problema contiene alta cantidad de nitrógeno o de cloruro se puede usar el siguiente micro-procedimiento de Gehrke, C. W. *et al., J. A. O. A. C.*, 1967, *50*, 965:

   Colocar la muestra en un matraz de Kjeldahl; añadir 1,2 g de cromo de 100 de tamaño de malla y 35 ml de agua; dejar en reposo durante diez minutos; añadir 7 ml ácido clorhídrico concentrado y 2 gotas de anti-espumante; cuando la reacción parezca que ha finalizado, calentar hasta ebullición dentro de siete a ocho minutos y a continuación dejar hervir a fuego lento durante diez minutos; enfriar; añadir 22 g de sulfato potásico, 1,0 g de mercurio, 25 ml de ácido sulfúrico concentrado y 1,5 g de "alundum"*. Continuar con la forma normal.
   (*Norton Alundum 14x-A.H. Thomas Co.).

NITROGENO NO PROTEICO N3

1. Tomar 20 g de muestra suspendida en 20 ml de agua destilada y colocarla en un tubo de centrifuga de vidrio.
2. Añadir 5 g de ácido tricloroacético al 50 por ciento.
3. Centrifugar durante diez minutos a 2000 r.p.m. aproximadamente.
4. Transferir 10 ml de la fracción líquida a un matraz de Kjeldahl y determinar el contenido en nitrógeno por el método N2.
5. Comparar el resultado frente al obtenido por determinación de una cantidad conocida de nitrógeno, método N2.

NITROGENO SOLUBLE EN AGUA N4

1. Preparar una solución de la muestra al 4 por ciento en ácido acético 0,005 M.
2. Filtrar.
3. Tomar una alícuota del filtrado de 50 ml y realizar una determinación de nitrógeno como se detalla en el método N2.

Nota: Porcentaje de nitrógeno procedente de la albúmina bruta = = porcentaje de nitrógeno total - porcentaje de nitrógeno soluble en agua.

NIVEL DE OXIDACION N5

1. Preparar una solución al 10 por ciento de muestra en cloroformo.
2. Examinar la solución anterior en cromatografía en capa fina utilizando las condiciones siguientes:

tamaño de la placa:	20 x 20 cm
relleno:	una capa de 0,25 mm de espesor de sílica gel G
volumen de muestra:	1 μl
sistema solvente:	99 partes de benceno: 1 parte de éter dietílico
recorrido del solvente:	15 cm
composición del revelador:	ácido crómico al 50 por ciento, v_o/v_o preparado por adición de cromato potásico a ácido sulfúrico concentrado hasta que aparezca un color rojo intenso y a continuación diluyendo con un volumen igual de agua destilada (PRECAUCION).
detección:	mantener en estufa a 180° C durante quince minutos
examen cualitativo:	comparación visual
determinación cuantitativa:	densitómetro de barrido

Notas:

1. Referencia del método, Freeman, I. P., 3 agosto 1974, *Chem. and Ind.*, 623-624.
2. Los triglicéridos no oxidados son transportados por el solvente hasta un valor R_f *ca.* 0,4 mientras que los glicéridos oxidados se mantienen próximos a la línea base.

3. La mancha de grasa oxidada también contiene glicéridos parciales y algunos componentes insaponificables pero la cantidad de estas sustancias es tan pequeña que sólo afecta a los resultados cuando los niveles de oxidación son bajos.
4. El progresivo aumento de la fracción oxidada en los aceites de freir produce oscurecimiento, aumento de la viscosidad, incremento de la tendencia a formar espuma y un descenso del punto de humo.
5. Freeman (*loc. cit.*) indica que durante el uso en los aceites de freir se producen los cambios siguientes:

	Tipo de aceite	*Cacahuete*	*Manteca*	*Palma*	*Semilla de soja*	*Girasol*
Nivel de oxidación (por ciento)	(*a*) antes de usar	6	10	9	5	5
	(*b*) inadecuado para uso posterior	30-35	40	34	36	32-38

PECTINA P1

1. Pesar 50 g de muestra en vaso de precipitados de 600 ml y añadir 400 ml de agua. Hervir durante una hora manteniendo constante el volumen en 400 ml.
2. Transferir el contenido a un matraz volumétrico de 500 ml y diluir hasta la señal de enrase a 20° C.
3. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 4 (o papel equivalente) y tomar, con pipeta, porciones de 100 ml de ésta solución.
4. Añadir 100 ml de agua y 10,0 ml de solución de hidróxido sódico 1 M. Dejar reposar durante la noche.
5. Añadir 50,0 ml de solución de ácido acético 1 M y dejar que la solución repose durante cinco minutos. Lentamente añadir 25 ml de cloruro cálcico 1 M bajo agitación constante. Dejar en reposo durante una hora.
6. Desecar durante una hora un papel de filtro Whatman número 41 en un pesasustancias. Enfriar y pesar.
7. Calentar la solución hasta ebullición. Filtrar en caliente a través del papel de filtro previamente pesado.
8. Lavar perfectamente el papel de filtro con agua caliente hasta eliminar todas las trazas de cloruro (probar con nitrato de plata/ácido nítrico).

9. Transferir el papel de filtro y contenido al pesasustancias y desecar a 105° C durante tres horas. Enfriar y pesar. Volver a desecar durante otra media hora y comprobar el peso para asegurarse de que no se han producido posteriores pérdidas de peso.

Nota: Carré, M. H. y D. Haynes, *Biochem. J.*, 1922, *16*, 60-9.

PERDIDA DE COCCION P2

1. Pesar aproximadamente 250 g de muestra completa sobre un vidrio de reloj grande.
2. Transferir la muestra a una sartén, conteniendo 10 g de grasa, colocada sobre un bloque de calentamiento. Picar las muestras.
3. Elevar la temperatura del bloque de calentamiento a 163 ± 1° C y remover las muestras, para evitar el requemado, durante veinte minutos.
4. Drenar la grasa y pesar.
5. Pesar la muestra sobre el vidrio de reloj original.

Notas:
1. Adaptado de Gordon, A., y A.Mc.M. Taylor, *Food Processing and Marketing*, 1965, 391-5.
2. Pérdida de humedad = (pérdida total - pérdida de grasa).

PESO ESCURRIDO P3

1. Pesar el bote con su contenido.
2. Vaciar el contenido del bote sobre una criba que contenga 30 perforaciones por 10 cm.
3. Dejar drenar durante dos minutos. Retener el líquido drenado.
4. Pesar la materia retenida por la criba.
5. Lavar el bote, secarlo y pesarlo.
6. Calcular el peso total del contenido y el peso real de la fruta o verdura.

Notas:
1. Según Adam W. B. (1965, *J. Assn. Pub. Analysis, 3,* 38) la relación entre el peso del material de relleno y el drenado difiere con la variedad del producto, grado de maduración, densidad del jarabe original, condiciones de procesado y tiempo de almacenamiento. Los resultados dados por éste autor y que se citan más abajo se basan en pruebas experimentales y de producción. Las frutas envasadas con jarabes más ligeros generalmente tienen pesos escurridos de un

2 a un 6 por ciento aproximadamente superior a los señalados en la Tabla, mientras que los de las frutas en jarabes densos son sensiblemente más bajos.

Peso escurrido de diferentes frutas en porcentaje del peso del material de relleno

Fruta	*Peso medio (porcentaje)*	*Márgen de pesos (porcentaje)*
Cerezas	90	83-96
Ciruelas damascenas	90	83-96
Ciruelas-Otras variedades	85	72-95
Ciruelas-Victoria	87	78-95
Claudias	93	84-98
Frambuesas	82	62-91
Frambuesas americanas	82	70-89
Fresas	66	54-82
Grosellas negras	86	75-95
Uvas espinas	94	86-100
Zarzamoras	81	66-90

2. Los resultados obtenidos por Adam (*loc. cit.*) para verduras fueron menos marcados y más relacionados a las condiciones del producto sólido en el momento del blanqueado. Los resultados encontrados fueron

Peso escurrido de diferentes verduras en porcentaje del peso del material de relleno

Verdura	*Peso medio (porcentaje)*	*Márgen de pesos (porcentaje)*
Apio	95	88-101
Guisantes frescos de Jardín	105	98-120
Habas gruesas	106	98-112
Judias	102	95-113
Nabos	102	95-106
Patatas	106	100-120
Remolacha	100	92-104
Zanahorias	101	95-116

PESO ESPECIFICO P4a-c

(a)

1. Limpiar cuidadosamente un picnómetro agitándolo con acetona primero y después con éter.
2. Cuando esté seco, pesarlo.
3. Llevar la solución problema a la temperatura de ensayo.
4. Cuidadosamente llenar el picnómetro con el líquido problema e insertar el tapón dotado de termómetro.
5. Colocar el picnómetro en baño de agua mantenido a la temperatura apropiada.
6. Cuando la solución haya alcanzado dicha temperatura, eliminar el exceso de líquido de la parte superior de la tubuladura lateral.

Fig. 4. Picnómetro con termómetro interior.

7. Retirar el picnómetro y enfriar.
8. Secar y pesar.
9. Repetir con agua destilada en lugar de la solución problema.

Notas: 1. Densidad =

$$= \frac{\text{peso del líquido contenido en el picnómetro}}{\text{peso del agua contenida en el picnómetro}}$$

Esta determinación normalmente se realiza a 20° C o a 40° C en el caso de las grasas y aceites.

(b)

1. Colocar el bulbo de densidad de vidrio en el extremo terminal del brazo de la balanza de Westphal.
2. Ajustar el tornillo giratorio hasta que el brazo de la balanza quede equilibrado en el aire.

3. Llenar la probeta depósito con el líquido problema y sumergir el bulbo de vidrio.
4. Anotar la temperatura leída en el termómetro de que se halla provisto el bulbo central. Cuando la temperatura alcance el valor deseado (normalmente 20° C) comenzar el ensayo.
5. Añadir las pesas que sean necesarias en las posiciones adecuadas del brazo de la balanza hasta ponerla en equilibrio.
6. El peso específico puede leerse directamente por la posición de las pesas sobre el brazo de la balanza.
7. El peso específico de los cuerpos sólidos puede determinarse comparando el peso de la sustancia en agua y en un solvente de densidad conocida.

(c)

Grados Baumé, Grados Brix, Grados Balling

1. Colocar el hidrómetro en la solución problema mantenida a la temperatura adecuada.
2. Cerciorarse de que el hidrómetro flota libremente.
3. Suavemente presionar sobre el vástago del hidrómetro de forma que descienda aproximadamente 1,5 cm por debajo del nivel de flotación normal.
4. Dejar de presionar para que el hidrómetro vuelva a su nivel normal.
5. Leer en la escala del vástago la señal que se halla al mismo nivel que la base del menisco de la muestra líquida.

Notas:

1. El hidrómetro debe esta a la misma temperatura a que se realiza la prueba.
2. El método más conveniente para mantener la temperatura normalizada consisten en introducir la solución problema en una probeta colocada a su vez en un baño termostático.
3. Las determinaciones de los grados Balling deben efectuarse a 15° C y el resultado constituye un índice o medida del porcentaje de carbohidratos presentes en el agua.
4. Las determinaciones de los grados Brix deben efectuarse á 20° C y la cifra resultante indica el porcentaje de sacarosa presente en la solución acuosa.
5. Las medidas lactométricas pueden calcularse deduciendo la densidad real determinada a 15° C menos 1,000 y multiplicando por 1000.
6. Las lecturas salinométricas pueden calcularse deduciendo el porcentaje de saturación del cloruro sódico en el agua tomando como 100 el 24,6 por ciento de saturación a 15° C.

7. Las determinaciones de los grados Baumé deben efectuarse a 15° C ó 100° F y se realizan sobre líquidos mucho más densos que el agua.
8. Los grados Baumé se relacionan con el peso específico mediante la siguiente fórmula:

$$^{o}\text{Be} = 145 - \frac{145}{\text{P.E. verdadero}_{60^{o}\,F/60^{o}\,F}}$$

$$\text{Baumé (ligero)} = \frac{140}{d_{60}^{60}} - 150$$

donde d_{60}^{60} es igual a la densidad

9. Los líquidos con propiedades tixotrópicas tienden a dar lecturas cuyos resultados varian entre determinaciones consecutivas.
10. Los grados Baumé comerciales normalmente se determinan a 140° F y vienen dados por la igualdad:

°Be comerciales = °Be observados 140/60° F + 1. Las relaciones entre las determinaciones de grados Baumé efectuadas a diversas temperaturas se muestran en la Figura 5 (Para jarabe de glucosa).

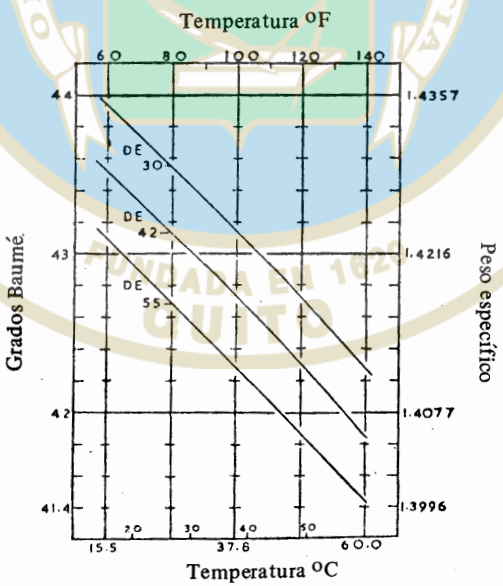


Fig. 5. variación de los grados Baumé con la temperatura (Ref. Corn Industries Research Foundation).

PESO NETO P5

1. Pesar muestra y recipiente tal como se recibe. La pesada indica el peso bruto.
2. Abrir el recipiente y transferir el contenido a un frasco de muestra o tratarlo como se describe en la sección III al tratar de la toma de muestra.
3. Lavar el recipiente en agua caliente y desecarlo. Si la etiqueta se desprende del recipiente, lavar separadamente y desecar.
4. Pesar el recipiente y la etiqueta.
5. Peso neto = peso bruto – peso del recipiente.

pH P6

1. Preparar 1 litro de solución tampón disolviendo las cantidades indicadas de los siguientes productos químicos p.a.:
   (*a*) pH 1,68 (a 20° C)
   12,70 g de tetraoxalato potásico dihidrato (0,05 M)
   (*b*) pH 4,0 (a 20° C)
   10,21 g de ftalato ácido de potasio (0,05 M)
   (*c*) pH 6,88 (a 20° C)
   3,40 g de fosfato ácido de potasio
   3,55 g de fosfato ácido disódico
   (*d*) pH 9,22 (a 20° C)
   3,81 g tetraborato sódico decahidratado.
2. Normalizar el pH-metro usando las dos soluciones tampón que más se aproximen al pH probable de la solución o mezcla problema.
3. Medir el pH de la solución problema.
4. Volver a comprobar la normalización del pH-metro usando la solución tampón apropiada.

Notas:

1. Las concentraciones convenientes de las soluciones problema son las siguientes:

azúcares y productos azucarados	25 por ciento
productos pulverulentos	papilla al 25 por ciento
líquidos de consistencia normal	a la concentración de la muestra
líquidos muy viscosos	50 por ciento

2. En el caso de tratarse de sustancias aparentemente insolubles, agitar a intervalos durante treinta minutos antes del ensayo.
3. Si se trata de productos cárnicos utilizar electrodos de aguja procediendo de la siguiente manera:
   (*a*) Normalizar el pH-metro usando la solución tampón 6,88.

(*b*) Insertar los electrodos de referencia y de vidrio en la carne o producto cárnico. Compensar el aparato cuando la temperatura difiera de 20° C. Anotar la lectura.
(*c*) Retirar el electrodo de vidrio y reinsertarlo en otra nueva posición. Anotar la lectura.
(*d*) Repetir y registrar la media de las tres lecturas.
(*e*) Volver a comprobar la normalización del pH-metro con solución tampón 6,88.

4. La imposibilidad de obtener lecturas correctas mientras se ajustan los electrodos con soluciones tampones son debidas casi siempre a suciedad o fallo de los electrodos. La limpieza de los mismos debe realizarse de acuerdo con las instrucciones del fabricante o, si no se poseen, por limpieza suave con un algodón húmedo, inmersión durante dos minutos en ácido clorhídrico concentrado, mantenimiento en baño de ácido clorhídrico 0,1 M durante cinco horas y finalmente lavados con agua destilada.

PIGMENTO P7

1. A partir de 5 g de muestra desecada y finamente picada extraer con cuatro alícuotas de 50 ml de agua destilada.
2. Después de cada extracción dejar sedimentar antes de transferir el líquido a un matraz volumétrico de 250 ml.
3. Diluir hasta la señal de enrase. Tomar, con pipeta, 50 ml y enrasar con agua destilada en matraz volumétrico de 250 ml.
4. Dejar sedimentar y determinar la absorbancia del pigmento betanina presente en la muestra en espectrofotómetro a 538 nm.
5. Comparar la lectura frente a una curva patrón construida con diferentes concentraciones de betanina.
6. Expresar el contenido en pigmento en mg/100 g de remolacha.

Notas:

1. Si se precisa hacer correcciones a las lecturas utilizar el método de Nilsson, T., 1970, *Lantbr-Hagsk Annit, 36,* 179.
2. Referencia del método: Gormley, T. R., *et al.,* 1973, *J. Fd. Tech., 8,* 77-87.
3. El contenido en pigmento en mg/100 g señalado por Gormley, J. R. (*loc. cit.*) de diversas muestras de remolacha fué de 67 a 129.

PLOMO P8

1. Pesar por diferencia 5 g de muestra en un matraz Kjeldahl y añadir 5 ml de ácido sulfúrico concentrado p. a. y, con precaución, unas gotas de ácido nítrico p.a.
2. Calentar lentamente hasta que el líquido clarifique y la oxidación se haya completado.
3. Después de enfriar, diluir con 20 ml de agua destilada y calentar de nuevo hasta aparición de humos blancos.
4. Después de enfriar, diluir con 20 ml de agua destilada y añadir 2 g de ácido cítrico p.a.
5. Hervir y enfriar. Si en esta fase se observa que existe una gran cantidad de residuo insoluble véase la nota 3.
6. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 44, humedecido con clorhídrico al 20 por ciento (v_o/v_o) y repetidamente lavado con alicuotas de 10 ml de ácido clorhídrico caliente al 20 por ciento (v_o/v_o). Lavar con agua caliente.
7. Concentrar a 50 ml, enfriar y neutralizar con amoníaco 0,880. Añadir un exceso de 0,5 ml. Enfriar a 30° C.
8. Añadir sin demora 1 ml de solución de cianuro potásico p.a. al 10 por ciento y transferir a embudo de separación de 250 ml.
9. Extraer durante un minuto con 10 ml, luego con 5 ml y después con otros 5 ml de solución clorofórmica de ditizona al 0,1 por ciento. Extraer cada una de las fracciones con agua y combinar las capas de cloroformo. Evaporar a sequedad la capa de solvente en un tubo de ebullición de 15 cm.
10. Calentar el residuo de cloroformo con 0,7 ml de ácido sulfúrico concentrado p.a. y unas gotas de ácido nítrico concentrado p.a. hasta destruir toda la materia orgánica. Diluir, después de enfriar, con 5 ml de agua destilada. Evaporar hasta que el ácido comience a desprender humos.
11. Añadir cuidadosamente 15 ml de etanol al 32 por ciento (v_o/v_o), mezclar y dejar en reposo durante la noche.
12. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 44 que ha sido previamente humedecido con ácido clorhídrico concentrado p.a. al 20 por ciento. Lavar tres veces con una mezcla de 20 ml de agua destilada, 10 ml de etanol y 1 ml de de ácido sulfúrico concentrado.
13. Añadir 10 ml de solución de acetato amónico al 10 por ciento al tubo de ebullición y hervir. Pasar repetidamente a través de papel de filtro hasta que todo el residuo se disuelva. Lavar con 5 ml de solución diluida y caliente de acetato amónico.
14. Transferir a un tubo de Nessler de 50 ml y añadir 1,5 ml de amoníaco p.a. 0,880, 1,0 ml de cianuro potásico p.a. al 10 por ciento y agua destilada hasta la señal de enrase. Añadir dos gotas de solución de sulfito sódico al 10 por ciento recién preparada. Comparar

frente a una determinación en blanco realizada con 10 ml de acetato amónico al 10 por ciento y añadiendo una solución patrón de plomo hasta que el color se iguale al de la solución problema.

15. Repetir el control añadiendo al comienzo de la dilución toda la solución de plomo excepto 1 ml.

Notas:

1. Realizar una determinación en blanco con el aparato y los productos químicos.
2. Para esta determinación usar reactivos exentos de plomo.
3. En el caso de productos que contienen grandes cantidades de fosfato cálcico insoluble introducir las siguientes modificaciones:

   (*a*) A partir del paso (5), centrifugar, decantar y lavar el matraz con solución de acetato amónico al 10 por ciento. Combinar el líquido de los lavados con el líquido decantado (S).

   (*b*) Añadir 4 g de carbonato potásico p.a. al residuo y 900 ml de agua destilada caliente. Colocar sobre baño de agua hirviendo durante cuatro horas. Agitar frecuentemente, añadiendo de cuando en cuando agua destilada para mantener el volumen constante.

   (*c*) Lavar con agua las paredes del tubo. Centrifugar. Añadir el líquido claro a la solución (S).

   (*d*) A la solución (S) añadir de 2 a 4 g de ácido cítrico y suficiente amoníaco 0,880 p.a. hasta que exista un exceso de 0,5 ml. Añadir 1,0 ml de solución de cianuro potásico p.a. al 10 por ciento y continuar como en el paso (9).

   (*e*) Disolver el residuo de (c) usando 50 ml de agua destilada y suficiente ácido clorhídrico p.a. concentrado. Hervir para liberar todo el dióxido de carbono.

   (*f*) Añadir 2 g de ácido cítrico p.a. y amoníaco 0,880 p.a. hasta que exista un exceso de 0,5 ml. Añadir 1,0 ml de solución de cianuro potásico p.a. al 10 por ciento y diluir a 100 ml. Continuar como en el paso (9).

4. Este método ha sido descrito por Monier-Williams, G. W., *Lead in Food*, HMSO, 1938.
5. El paso (14) se puede realizar usando un absorciómetro Spekker.
6. La presencia de plomo en los alimentos ha sido objeto de revisión y publicación por "UK Working Party

on the Monitoring of Foodstuffs for Heavy Metals" (HMSO, 1972).

7. The Working Party (*loc. cit.*) concluye en su informe que la presencia de plomo en los alimentos procede de (*a*) fuentes naturales, (*b*) captación de plomo a partir de suelos portadores, (*c*) consumo de agua que contiene trazas de plomo, (*d*) ingestión por los animales domésticos, (*e*) deposición procedente de la polución atmosférica, (*f*) tratamientos de cosechas, (*g*) procedimientos de fabricación, y (*h*) transferencia desde el equipo utilizado para preparar, almacenar o cocinar los productos alimenticios.
8. La concentración media de plomo en la dieta (*loc. cit.*) es de 0,13 mg kg^{-1} (ppm) equivalente a 200 μg para el consumo estimado de alimentos en un adulto medio en el Reino Unido que es de 1,5 kg.
9. Los niveles medios encontrados en un gran número de productos alimenticios han sido publicados (*loc. cit.*) e incluyen (en ppm):

aceites de cocinado	0,13
agua	inferior a 0,02
carne de vacuno	0,23
"corned beef" enlatada	1,20
harina	0,06
hierbas desecadas	2,50
huevos	0,03
leche	0,03
mantequilla	0,34
margarina	0,12
mariscos	1,00
pan	0,15
pescado	0,01
pescado enlatado	0,50
queso	0,13
té	0,03
verduras	0,22
verduras congeladas	0,03
verduras enlatadas	0,20
zumo de fruta enlatado	0,66

10. Las diferentes variedades de mariscos y algunas muestras de pescado enlatado y de carne alcanzaron valores de plomo muy altos.
11. The United Kingdom *Lead in Food Regulations* (1961, HMSO, London) estableció limites máximos

para la presencia de plomo en los productos alimenticios. Estos límites oscilan desde 0,2 ppm a 20 ppm.

12. El método C5 para el cadmio también puede utilizarse en la determinación de plomo.

POLIURONIDA TOTAL Y GRADO DE ESTERIFICACION

P9

1. Lavar la muestra, descortezarla y macerarla en una licuadora.
2. Someter a reflujo 50 g de muestra con 250 ml de etanol del 90 por ciento durante treinta minutos.
3. Filtrar y lavar el precipitado con etanol del 70 por ciento.
4. Desecar el precipitado en una estufa de vacio a 35° C.
5. Tomar muestras duplicadas de 1 g, añadir 10 ml de solución alcohólica de ácido clorhídrico 5 M y dejarla en reposo durante la noche.
6. La solución se burbujea con nitrógeno que previamente se hace pasar por un sifón con sosa cáustica al 1 por ciento.
7. Ajustar el pH a 6,10 utilizando hidróxido sódico 0,1 M.
8. Almacenar en frasco de cierre hermético a 35° C durante dieciseis horas.
9. Hacer burbujear nitrógeno a través de la mezcla, reajustar el pH a 6,10 y anotar el título, *a*.
10. Hacer la determinación sobre un blanco y anotar el título, b.
11. Repetir la determinación omitiendo el paso 5 - y anotar el título, *c*.

Notas:

1. Referencia del método Warren, D. S. y J. S. Woodman, 1973, *J. Sci. Fd Agric., 24,* 769-777.
2. Porcentaje de poliuronida total = 1,76 $(b - a)$.
3. Porcentaje del grado de esterificación de la poliuronida =

$$= \frac{50\,(b - c)}{(b - a)}$$

POTASIO

P10a-c

(a)

1. Incinerar 10 g de muestra a 450° C.
2. Añadir a la ceniza 10 ml de ácido clorhídrico concentrado, calen-

tar suavemente, transferir el líquido a través de un papel de filtro Whatman número 54 a un matraz volumétrico de 100 ml y enrasar con agua destilada.
3. Seleccionar los filtros interferenciales apropiados para una determinación de potasio que son los mismos que para el fotómetro de llama.
4. Atomizar la solución problema en la llama del fotómetro.
5. Anotar la intensidad de la linea espectral.
6. Calcular el contenido en potasio comparando la lectura frente a una curva obtenida mediante representación gráfica de las deflexiones del galvanómetro y las concentraciones de potasio. Como Soluciones patrones para obtener la curva se usa fosfato ácido de potasio o sulfato potásico disuelto en ácido acético.

Notas:
1. Ciertos alimentos solubles en agua pueden pulverizarse directamente en el fotómetro sin incinerar previamente.
2. Normalmente no existe interferencia con las determinaciones de potasio a 766 y 769 nm para la llama de oxígeno-hidrógeno. El manganeso y el plomo interfieren con las determinaciones de potasio en el márgen del violeta (a 404,4 nm) a menos que se use anchuras de banda espectral muy estrechas.

(b)

1. (*a*) Evaporar a sequedad 5 g de muestra líquida e incinerar a temperatura no superior a 550° C.
   ó
   (*b*) Tomar de 0,1 a 1,0 g de muestra sólida e incinerar a temperatura no superior a 550° C.
2. Añadir al residuo de ceniza ácido clorhídrico concentrado p.a. y evaporar a sequedad lentamente.
3. Repetir la adición de ácido y la evaporación.
4. Transferir la ceniza tratada a un matraz erlenmeyer, añadir 50 ml de oxalato amónico al 17 por ciento y una cantidad conocida, pero suficiente, de solución de cloruro de litio al 17,0 por ciento para ajustar la concentración de potasio en el márgen adecuado para el fotómetro de llama.
5. Agitar y filtrar.
6. Atomizar cantidades fijas de solución (ver nota) y construir una curva con las lecturas.
7. Repetir usando la solución problema.
8. Calcular la cantidad de potasio presente en la solución problema y relacionarlo al peso original de la muestra.

Notas: 1. Una solución madre de potasio (1000 ppm) puede prepararse disolviendo 1,907 g de cloruro de potasio a 1 litro con agua destilada.

(c)

1. Pesar 2 g de muestra en un crisol de platino e incinerar a 450° C.
2. Retirar de la mufla y enfriar.
3. Añadir 10 ml de ácido clorhídrico (1 parte de ácido clorhídrico concentrado a 2 partes de agua).
4. Evaporar a sequedad.
5. Repetir los pasos (3) y (4).
6. Repetir el paso (3), calentar hasta disolver todo el material soluble en ácido y transferir a través de un papel de filtro apropiado a un matraz volumétrico de 100 ml.
7. Después de lavar el papel de filtro, transferirlo a la cápsula de platino, añadir 5 ml de ácido fluorhídrico (PRECAUCION), evaporar, recoger el residuo en ácido clorhídrico concentrado y transferirlo al matraz de 100 ml. (*Nota:* este paso puede omitirse si se comprueba en pruebas preliminares que los pasos (1) al (6) son suficientes para el producto problema).
8. Enfriar el matraz y el contenido hasta 20° C y enrasar hasta la marca.
9. Si en la solución existe turbidez tomar alícuotas apropiadas y centrifugarlas.
10. Medir en el espectrofotómetro de llama usando las siguientes condiciones:

Tipo de espectrofotómetro	Prisma, rejilla o filtro
Linea	principal-766/769 nm secundaria-404,4 nm
Llama	(1) oxígeno-hidrógeno (2) aire-acetileno
Margen para el análisis	20 - 200 μg
Referencia	cloruro potásico en ácido clorhídrico (1 por ciento)

Notas:

1. Referencia del método Philips, 1970, *Analytical Flame Spectrophotometry*, Macmillan; Perring, M.A., 1974, *J. Sci. Fd Agric., 25*, 337-245.
2. Los recipientes deben ser de vidrio borosilicato para evitar la contaminación - cuando sea necesario usar tapa de plástico que no debe retirarse hasta el último momento.
3. Según Perring (*loc. cit.*) la corrosión de los quemadores de acero inoxidable puede prevenirse utilizando

equipo de titanio y unidades nebulizadoras revestidas de fluorocarbonos.

4. La solución preparada en los pasos (1) a (9) puede usarse en la determinación de calcio, sodio y potasio. Las condiciones de la espectrofotometría se dan en los apartados correspondientes.

PRESENCIA DE MANTECA DE CACAO EXTRAIDA CON SOLVENTES P11

1. A 2 ml de una solución de grasa pura al 5 por ciento en tetracloruro de carbono añadir algunos cristales de *p*-dimetilaminobenzaldehido y 0,5 ml de ácido clorhídrico concentrado.
2. Calentar, bajo constante agitación, durante dos minutos en baño de agua hirviendo.
3. Añadir una gota de peróxido de hidrógeno de 1 volumen y continuar calentando y agitando durante otro minuto.
4. Las muestras que han sido extraidas con solventes dan origen a una coloración azul en la capa de solvente.

Nota: Este método ha sido descrito por Fincke, A., 1962, *Susswaren, 15, 6,* 882.

PROTEINA P12a-b

(a)

Determinar el contenido en nitrógeno por el método N2 y multiplicar por:

sustancias alimenticias	x 6,25
huevos congelados	x 6,68
gelatina	x 5,55
proteina de la leche	x 6,38
proteina en general	x 6,25
productos de la soja	x 6,00
harina de trigo	x 5,70

(los factores para los productos cárnicos se dan en el método C29).

Contenido en proteína

(b)

1. Triturar 50 g de muestra a un tamaño medio de partícula con un molinillo de laboratorio convencional.

2. Pesar cantidades de 5,0 ó 10 g (ver nota) en un matraz de digestión de 1 litro.
3. Añadir, agitando por rotación entre adiciones, 150 ml de agua destilada, 50 ml de cloruro de bario al 10 por ciento (p_o/v_o), 100 ml de hidróxido sódico al 30 por ciento (p_o/v_o) y 3 ml de solución de silicona como anti-espumante.
4. Conectar el sistema que contiene un condensador Liebig montado verticalmente.
5. Tomar con pipeta 50 ml de solución de ácido bórico al 3 por ciento (p_o/v_o), conteniendo el indicador de N (Matheson, Coleman and Bell) u otro indicador con viraje en las proximidades de 4,8 de pH, en un erlenmeyer de 250 ml y colocarlo bajo el extremo de salida del condensador.
6. Comenzar el calentamiento y destilar aproximadamente 75 ml de líquido en un matraz graduado en quince minutos.
7. Titular con ácido sulfúrico 0,15 ó 0,075 M.
8. Llevar a cabo una determinación en blanco con los reactivos utilizados en la determinación de la muestra.

Notas:

1. Nitrógeno lábil al álcali (A) = 0,021 (título de la muestra - título del blanco).
2. Los contenidos en proteinas pueden calcularse como sigue:
   Contenido proteico del pan de trigo g/100 g = 24,68 (A) + 2,14
   Contenido proteico del trigo "Durum" g/100 g = 25,87 (A) + 2,14.
   Contenido proteíco de la cebada g/100 g = 30,92 (A) + 2,61
   donde A = nitrógeno lábil al álcali en g/100 g.
3. Usar 5 g de muestra y ácido 0,075 M para la cebada y 10 g de muestra y ácido 0,15 M para el trigo.
4. Lavar perfectamente los matraces después de la determinación o en otro caso será necesario eliminar el depósito de las paredes por remojo durante la noche en ácido clorhídrico concentrado.
5. Referencia Ronalds, J.A., 1974, *J. Sci. Fd Agric., 25,* 179-185.

PRUEBA DE LA FRITURA P13

1. Colocar aceite puro y fresco de maíz en una sartén de freir poco profunda a temperatura controlada.
2. Elevar la temperatura del aceite hasta 170° C y mantenerla constante.

3. Colocar la muestra en el aceite y freir durante 10 minutos con volteos de la muestra a intervalos frecuentes.
4. Retirar la muestra frita con una malla de alambre y dejarla escurrir durante un minuto.

Notas: 1. En el producto frito puede determinarse las características del color, estallido y aroma utilizando un panel de catadores como se indica en los métodos E7 y en el Capítulo 5 de la Sección III.

PUNTO DE FUSION P14

(Punto de fusión incipiente y punto de ascenso)

1. Fundir la muestra de grasa de modo que su temperatura exceda en unos grados al punto de fusión.
2. Introducir en la grasa líquida un tubo capilar de vidrio caliente y dejar que la muestra ascienda por el capilar.
3. Sacar el tubo y rápidamente empujar la grasa fundida hacia el interior del tubo con la ayuda de un alambre fino.
4. Limpiar la superficie del tubo y rápidamenye cerrar a la llama el el extremo terminal del tubo que se halla más próximo a la muestra de grasa. Repetir pero sin cerrar el extremo terminal del tubo.
5. Solidificar la grasa enfriando con hielo.
6. Mantener las muestras de los capilares a 15-20° C durante veinticuatro horas.
7. Fijar los tubos capilares al bulbo de un termómetro mediante una banda de goma. Sumergir el bulbo del termómetro y los tubos capilares que contienen las muestras de grasa (en toda su longitud) en un vaso de precipitados conteniendo agua fría y una varilla de vidrio de agitación.
8. Elevar la temperatura lentamente y anotar las siguientes temperaturas:

Tubo capilar abierto

cuando se forma menisco en la superficie: punto de fusión incipiente.
cuando la grasa comienza a ascender por el tubo: punto de ascenso.

Tubo cerrado

cuando la muestra se vuelve completamente clara: punto de fusión.

QUININA Q1

1. Con espectrofotómetro U.V. determinar de absorción de la quinina entre 300 y 375 nm. Se observará un máximo de absorción a 347,5 nm.
2. Leer la absorción de la solución problema a 347,5 nm frente a un blanco de la misma solución que no contiene quinina.
3. Sustraer la lectura del blanco a 347,5 nm.
4. Preparar una curva de calibración con diversas concentraciones de quinina frente a la absorción a 347,5 nm.

Nota: Referencia del método, Schweppes (USA) Ltd., en Buty, W.H. y H.J. Noebels, *Instrumental Methods for the Analysis of Food Additives.*, 1961, Intercience.

RELACION NITRATO-NITRITO R1

1. (*a*) Mezclar la muestra perfectamente haciéndola pasar tres veces por una picadora, pesar exactamente 10 g de muestra en un matraz de 250 ml de boca ancha y añadir 100 ml de agua destilada a 80° C,

1. (*b*) Cortar la muestra en trozos pequeños, pesar exactamente 10 g, añadir 60 ml de agua y homogeneizar durante dos minutos. Transferir el homogeneizado a un matraz de 250 ml de boca ancha, utilizando 40 ml como máximo de agua destilada caliente, y finalmente diluir hasta 105 ml para lo cual se habrá hecho previamente una marca en el matraz con este volumen.

2. Añadir 5 ml de solución saturada de Borax (tetraborato disódico) y 0,5 g de carbón activado.
3. Calentar en un baño de agua durante quince minutos y agitar por rotación a intervalos frecuentes.
4. Enfriar a temperatuara ambiente y esperar durante una hora.
5. Añadir con pipeta, gota a gota, 2 ml de reactivo de Carrez I (21,9 g de diacetato de cinc en 100 ml de agua al que se le ha añadido 3 ml de ácido acético glacial) y agitar por rotación para mezclar después de cada adición.
6. Añadir por goteo 2 ml de reactivo de Carrez II (solución acuosa de 10,6 g de ferrocianuro potásico y enrasado a 100 ml) agitando por rotación después de cada adición y a continuación añadir 5 ml de solución saturada de borax.
7. Transferir la mezcla a un matraz volumétrico de 200 ml arrastrando con agua destilada caliente.
8. Enfriar a 20° C y dejar en reposo durante treinta minutos.
9. Diluir hasta la señal de enrase con agua destilada.
10. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 44 o equivalente.

11. Tomar suficiente cantidad de filtrado sin que contenga más de 100 μg de nitrito, introducirlo en una matraz volumétrico de 50 ml y diluir con unos 40 ml aproximadamente de agua destilada.
12. Añadir 5 ml de solución de sulfananilamida al 0,5 por ciento en ácido clorhídrico concentrado que previamente se ha diluido con un volumen igual de agua, y esperar durante tres minutos.
13. Añadir 2 ml de reactivo complejante (solución acuosa de clorhidrato de N - (1, naftil) – etilendiamina preparada con un tiempo máximo de una semana).
14. Diluir hasta la señal de enrase, mezclar y esperar durante veinte minutos.
15. Determinar la extinción a 540 nm en un espectrofotómetro con cubeta de 1 cm de camino óptico frente a un blanco.
16. Calcular la concentración comparando el resultado frente a una curva construida con diferentes volúmenes de una solución de nitrito patrón. Esta solución se prepara disolviendo 0,150 g de nitrito sódico en 1 litro de agua destilada (1 ml = 100 μg de nitrito).
17. Pipetar 20 ml del extracto acuoso preparado en un vaso de precipitados de 50 ml y mezclar con 5 ml de solución tampón de amoníaco (diluir 20 ml de ácido clorhídrico concentrado a 500 ml con agua destilada, añadir 50 ml de amoníaco 0,880 y enrasar a 1000 ml con agua destilada).
18. Preparar una columna cromatográfica de cadmio por el método de Follet y Ratcliff de la forma siguiente:
    (*a*) Colocar varillas de cinc en una solución de sulfato de cadmio al 20 por ciento.
    (*b*) Pasadas tres o cuatro horas retirar el depósito de cadmio del matraz.
    (*c*) Cubrir el depósito con ácido clorhídrico diluido, agitar por rotación para mezclar y a continuación desintegrarlo en un homogeneizador. Arrastrar con agua destilada.
    (*d*) Preparar una columna de vidrio compuesta de un depósito de almacenamiento en la parte superior, un tubo de entrada de forma capilar con 0,4 cm de diámetro y 25 cm de longitud y la columna principal de 1,2 cm de diámetro interno y 12 cm de longitud encontrándose en el extremo en forma de tubo capilar de salida. Este tubo de salida debe encorvarse hacia arriba en forma de U y a continuación descender para que la salida, en forma de U invertida, se encuentre por encima del nivel del relleno de la columna.
    (*e*) Cerrar la columna en la parte estrecha del tubo con un tapón de lana de vidrio de 2 cm de espesor, añadir una capa de 2cm de gránulos de sílica y finalmente otra capa de 7 cm de altura de cadmio esponjoso.
    (*f*) Antes de usar la columna lavar con 25 ml de ácido clorhídrico 0,1 M, 50 ml de agua destilada y 25 ml de solución tam-

pón de amoníaco (una mezcla de 9 partes de agua y una parte de la solución siguiente: 20 ml de ácido clorhídrico concentrado se diluyen a 500 ml con agua destilada, se añade 50 ml de amoníaco 0,880 y finalmente se enrasa a 1000 ml).

(*g*) Ajustar la velocidad de flujo a 5 ml min^{-1}.

Nota: Una bateria de columnas puede prepararse para análisis rutinario y a menos que sean mal utilizadas tendrán una vida útil de 6 meses.

19. Transferir la mezcla al depósito de almacenamiento de la columna y dejar pasar un volumen de flujo de 5 ml min^{-1}.
20. Lavar las paredes del depósito dejando pasar los lavados por la columna, recoger un total de 95 ml de eluido y enrasar a 100 ml en matraz volumétrico.
21. Pipetar suficiente cantidad de eluido (que no contenga más 100 μg de nitrito) a un matraz volumétrico de 50 ml.
22. Diluir a 40 ml con agua destilada.
23. Añadir 5 ml de una solución de sulfanilamida al 5 por ciento en ácido clorhídrico concentrado que previamente ha sido diluido con un volumen igual de agua destilada.
24. Esperar durante tres minutos.
25. Añadir 2 ml de reactivo complejante (solución acuosa de clorhidrato de N-(1-Naftil) etilendiamina al 0,5 por ciento preparada con un tiempo máximo de una semana).
26. Diluir hasta la señal de enrase y esperar durante veinte minutos.
27. Determinar en un espectrofotómetro con cubeta de 1 cm la extinción a 540 nm y compararla frente a la de solución en blanco.
28. Calcular la concentración comparando el resultado frente a una curva construida con diluciones de una solución patrón de nitrito. Esta solución se prepara disolviendo 0,150 g de nitrito sódico en 1 litro de agua (1 ml = 100 μg de nitrito).
29. Transformar la diferencia entre el nitrito determinado como tal frente a los valores registrados después de la completa reducción en la columna.

Notas:

1. Referencia del método Follet, M. J. y P. W. Ratcliff, 1963, *J. Sci. Fd Agric., 14*, 138, and R. Fudge and R. W. Truman, 1973, *J. Assn. Pub. Analysts, 11*, 19-27.
2. Puesto que la relación de nitrato a nitrito se altera con el tiempo no debe demorarse el análisis de la muestra.
3. El carbón activado se usa para absorber el ácido ascórbico que cuando se encuentra presente interfiere con la reacción.

4. Si se observa turbidez en la solución puede clarificarse generalmente variando la cantidad o la forma de la adición de los reactivos de Carrez.
5. Es necesario hacer determinaciones en blanco de los reactivos y la columna.
6. Los contenidos medios de nitrito sódico y de nitrato sódico para diferentes productos cárnicos que se dan a continuación han sido dados por Fudge and Truman (*loc. cit*) y se tomaron de un estudio cooperativo.

Producto cárnico	*Relación nitrito nitrato*	*Nitrito sódico (ppm)*	*Nitrato sódico (ppm)*
enlatado	1:26	12	316
envasado a vacío	1:3,3	53	177
fresca	1:4,3	55	235

7. Follet and Ratcliff encontraron que la eficacia de la columna es altamente dependiente del pH, por ello debe tratarse con una solución tampón de 9,5 a 9,7 de valor pH para que sea efectiva.
8. El método no es afectado por la presencia de cantidades superiores al 5 por ciento de fosfato o superiores al 10 por ciento de azúcar y sal.

RELACION PESO DEL PRODUCTO COCIDO/PERDIDA DE COCCION R2

1. Pesar 15,00 g de muestra y añadir 200 ml de agua hirviendo.
2. Calentar hasta ebullición y mantener a fuego lento durante veinte minutos.
3. Escurrir a través de un támiz grande y de malla amplia previamente pesado y recoger el líquido de escurrido en un matraz volumétrico de 250 ml.
4. Esperar durante dos minutos, desecar suavemente el exterior del támiz con papel secante y pesar.
5. Enfriar el líquido recogido en la etapa (3) hasta 20° C y diluir hasta la señal de enrase con agua destilada. Tapar el matraz.
6. Agitar el contenido del matraz, poner cantidades de 25 ml en cápsulas de acero inoxidables taradas y determinar la materia sólida del líquido evaporando, inicialmente, a sequedad sobre baño de agua caliente y finalmente desecando hasta peso constante en estufa a 100-110° C (ver método S10).

Notas: 1. El rendimiento de la cocción viene dada por la relación del peso original al obtenido después del cocinado.

2. La pérdida de sólidos durante el cocinado viene dada por

$$\text{peso después de la desecación} \times \frac{250}{25} \times \frac{100}{\text{peso de la muestra original}}$$

3. La muestra cocida puede utilizarse para evaluar la textura por un panel de catadores.

RELAJACION A LA PRESION R3

1. Pesar una masa homogénea de 470 g de peso constante en una cápsula de acero inoxidable de un Farinógrafo acoplado a un extensógrafo de Brabender De-corder modificado. La cantidad de agua, destilada, para preparar la masa, conteniendo un 2 por ciento de cloruro sódico (p_o/p_o) debe proporcionar la absorción en un Farinógrafo de 600 Unidades Brabender (BU) menos el 6 por ciento.
2. Mezclar el ingrediente desecado a 2,1 rad^{-1} (20 rev/min).
3. Burbujear nitrógeno durante un minuto a través de la cantidad exacta de agua y sal (ver etapa 1).
4. Añadir el agua y la sal a los ingredientes desecados y proseguir la mezcla durante un minuto mas.
5. Continuar el desarrollo de la masa a 20 ó 2,0 kJ kg^{-1} min (0,33 ó 0,033 kW kg^{-1} ó 0,2 ó 0,02 HP/lb).
6. Mezclar la masa dentro de un márgen de 5 a 450 kJ kg^{-1} de trabajo (0,05 a 4,5 HP min/lb).
7. Tomar cantidades de masa de 10,0 g de peso y moldear con la mano bolas de aproximadamente 30 mm de diámetro.
8. Mantener las bolas en una cámara humidificada a 30° C de temperatura durante cuarenta y cinco minutos.
9. Realizar la determinación de la relajación a la presión utilizando un medidor Instron mantenido a una temperatura ambiental de 30° C.

célula:	célula de carga de compresión CB de 2 kg
compresión:	placas paralelas
diámetro de la célula de carga:	149 mm
diámetro del yunque transversal:	57 mm
velocidad de la cabeza móvil:	100 ± 0,1 mm min^{-1}
velocidad de registro:	500 ± 0,5 mm min^{-1}
carga máxima global:	180 ± 1,0 gf
nivel de relajación:	80 ± 0,5 gf

Notas: 1. Cubriendo las bolas de la masa con parafina líquida se previene la formación de una piel de revestimiento.
2. Método adaptado de Frazier, P.J. *et al.*, 1973, *J. Sci. Fd Agric., 24,* 421-36.

RESISTENCIA DE LA GELATINA R4a-b

(a)

1. Preparar una solución de la muestra al 6,67 por ciento en agua destilada pesando 7,5 g de muestra y añadiéndole 105 ml de agua destilada.
2. Si la resistencia de la gelatina en la muestra es baja se aconseja preparar la solución problema al 12,5 por ciento. Esta se prepara disolviendo 15 g de muestra en 105 ml de agua destilada.
3. Disolver calentando a 60° C.
4. Colocar las soluciones problema en baño termostático mantenido a 10 ± 0,1° C durante diecisiete a dieciocho horas.
5. Retirar y ensayar inmediatamente en el gelómetro de Bloom.
6. Colocar un tubo de ebonita de 12,7 mm sobre la superficie. Dejar caer sobre el émbolo un perdigón de plomo a una velocidad determinada y pesar el perdigón que se precisa para que la depresión producida sea de 4,00 mm.
7. El peso del perdigón de plomo indica la resistencia Bloom de la sustancia problema.

Notas: 1. El aparato puede comprobarse usando el dispositivo de Bloom que mide la depresión en condiciones normalizadas.
2: El "FIRA tester" puede usarse para determinar la resistencia de la gelatina de agar. Las soluciones preparadas se ensayan como se describe en el método G5.

(b)

1. Transferir 25 g de muestra a un vaso de precipitados de 1 litro y añadir 450 ml de agua destilada.
2. Calentar, manteniendo la elevación de la temperatura a una velocidad de 1,5° C por minuto (la mezcla debe agitarse a 50 revoluciones por minuto).
3. Interrumpir el aumento de la temperatura cuando el termómetro alcance los 95° C pero mantener a ésta temperatura, al menos, durante cinco minutos después de que se haya alcanzado la máxima viscosidad.
4. Verter el líquido preparado en recipientes de plástico, enfriar, cubrir la superficie superior de la gelatina con parafina líquida y dejar en reposo durante la noche a 5° C.

5. Determinar la resistencia de la gelatina con el "FIRA tester" que se describe en el método G5 (etapa 7), pero usando una deflexión de 10°.

Nota: Ideado de Rasper, V. D. G. Coursey, 1967, *J. Sci. Fd Agric., 18,* 240.

ROTACION OPTICA R5

1. Mantener la muestra a 20° C durante dos horas para permitir que la solución se equilibre.
2. Con la solución problema llenar un tubo polarimétrico de 10 cm.
3. Medir la rotación óptica en el polarímetro usando luz de sodio.
4. Repetir usando una nueva muestra de la solución problema.
5. Lavar escrupulosamente el tubo y determinar la lectura dada por el agua destilada. Repetir.
6. Sustraer (o sumar si se observa una lectura negativa) la lectura en blanco.

Notas:
1. La aplicación del método de la rotación óptica en la determinación de sacarosa se describe en el método S2.
2. El uso del polarímetro se describe en el Capítulo 4.

SACARINA S1a-b

(a)
1. Añadir a la muestra combinada 10 ml de ácido clorhídrico concentrado y el líquido de lavado de la etapa 4 de la determinación de ácido benzoico (método A6b).
2. Extraer tres veces con porciones de 25 ml de éter dietílico.
3. Lavar los extractos etéreos combinados con tres volúmenes de 5 ml de agua destilada.
4. Agitar los lavados anteriores con 10 ml de éter dietílico y combinarlo, después de la separación, con el extracto principal de éter dietílico.
5. Filtrar el extracto etéreo y lavar el papel de filtro con éter dietílico. Combinar estos lavados con el extracto etéreo inicial.
6. Evaporar el éter en un baño de agua caliente.
7. Disolver el residuo en 5 ml de acetona, evaporar a sequedad.
8. Añadir 4 ml de agua destilada, calentar hasta disolver y enfriar a temperatura ambiente.
9. Titular con hidróxido sódico 0,05 M usando azul de bromotimol como indicador.

10. Calcular el contenido en sacarina teniendo en cuenta que cada ml de NaOH 0,05 M gastado equivale a 0,00916 g de sacarina.

(b)

1. Tomar 20 ml de muestra, añadir 90 ml de agua y 10 ml de ácido sulfúrico al 10 por ciento. Mezclar.
2. Extraer con 50 ml de acetato etílico, separar y filtrar el extracto orgánico a través de sulfato sódico para eliminar todo resto de agua.
3. Reducir el volumen de solvente a 2 ml en un baño de agua.
4. Proceder al examen en TLC utilizando las condiciones siguientes:

Tamaño de la placa:		20 x 20 cm
Material de relleno:		Kieselguhr G
Espesor de la capa:		250 μm
Sistema solvente:		Acetona: amoniaco (0,880); 9:1.
Revelador:	(*a*)	Solución etanólica de α-naftilamina al 0,1 por ciento conteniendo 5 gotas de acetato cúprico a saturación y 3 gotas de ácido acético glacial/100 ml - si existe sacarina se verá una mancha de color malva.
	(*b*)	solución acuosa de nitrato de plata 0,005 M con 2,5 ml de amoníaco (0,880) por 100 ml de solución. Exponer la placa pulverizada y desecada a la luz ultravioleta durante un minuto antes del exámen - si existen ciclamatos en la muestra se apreciará a 0,20 de valor Rf una mancha blanca sobre fondo gris y una mancha similar a 0,50 de Rf para la sacarina.

Notas: 1. El ácido benzoico tiene un valor Rf similar al del ciclamato por lo que debe eliminarse por sublimación. Esto se realiza calentando la placa una vez cromatografiada, a 130° C durante treinta minutos.

2. Referencia del método Dickes, G. J., 1965, *J. Assoc. Pub. Analysts, 3,* 118-123.

SACAROSA S2

1. Pipetar 40 ml de solución clarificada de la muestra al 10 por ciento a un matraz volumétrico de 50 ml.
2. Añadir 5 ml de ácido clorhídrico concentrado, agitar por rotación e insertar inmediatamente un termómetro de 110° C.
3. Colocar el matraz volumétrico en un vaso de precipitados que contiene agua mantenida a 60-65° C. El nivel del agua debe ser lo suficientemente alto para cubrir el nivel de la solución problema depositada en el matraz.
4. Una vez que la temperatura de la solución problema alcanza 60° C poner en marcha un cronómetro. Mantener la solución a 60° C durante diez minutos.
5. Método de la rotación óptica:
   (*a*) Diluir a 50 ml con agua destilada.
   (*b*) Determinar la rotación óptica según se describe en el método R5 antes y después de la inversión.
6. Método del azúcar reductor:
   (*a*) Transferir la solución a un matraz volumétrico de 200 ml usando agua destilada.
   (*b*) Añadir unas gotas de fenoltaleina y neutralizar, primero con sosa caústica al 50 por ciento y, cuando se aproxime al final, con hidróxido sódico 0,1 M antes y después de la inversión.
   (*c*) Diluir hasta la señal de enrase con agua destilada.
   (*d*) Determinar el contenido en azúcar reductor por el método de Lane y Eynon (método C28a).

Notas: 1. Rotación óptica

d = rotación óptica de la solución clarificada calculada sobre la base del 100 por ciento.

I = rotación óptica de la solución invertida calculada sobre la base del 100 por ciento.

$$\text{Contenido en sacarosa} = \frac{d - I}{0{,}884}$$

2. Contenido en azúcar reductor

R = contenido en azúcar reductor de la muestra.

S = contenido de la muestra en azúcar reductor después de la inversión.

Contenido en sacarosa = 0,95 (S - R)

3. La mezcla de azúcares formada por tres componentes puede analizarse perfectamente usando los resultados de las determinaciones de sacarosa, azúcar reductor y rotación óptica.

La concentración de los sólidos del jarabe de glucosa (G) en las mezclas de sacarosa, jarabe de glucosa comercial y azúcar invertido viene dado por

$$G = \frac{(d - I) + 0.2\,R}{1.52}$$

y

$$\text{Contenido en azúcar invertido} = \frac{R - E.D. \times G}{100}$$

donde R = contenido en azúcar reductor
$E.D.$ = equivalente en dextrosa del jarabe de glucosa usado

SAL S3a-e

(a)

1. Tomar 10,0 g de muestra y añadirle 50 ml de agua destilada. Hervir.
2. Filtrar la solución enfriada a través de papel de filtro Whatman número 54, previamente mojado, a un matraz volumétrico de 100 ml.
3. Lavar perfectamente el papel de filtro con agua destilada. Diluir la solución hasta la señal de enrase. Mezclar.
4. Tomar alícuotas de 25 ml y determinar la sal como se describe en el método S3b.

(b)

1. Pipetar 25 ml de muestra perfectamente agitada a un matraz volumétrico de 250 ml.
2. Diluir hasta la señal de enrase con agua destilada y agitar.
3. Pipetar 10 ml de solución a un erlenmeyer de 250 ml y añadir 40 ml de agua.
4. Añadir tres gotas de indicador de fenoltaleina y suficiente cantidad de ácido sulfúrico diluido para producir ligera acidificación (si es necesario).
5. Titular con solución de nitrato de plata 0,1 M usando cromato potásico como indicador.

(c)

1. Pesar 5 g de muestra y mezclar con cal. Incinerar o carbonizar totalmente.

2. Lavar la mezcla de ceniza y cal sobre papel de filtro Whatman número 54 con agua destilada caliente, recogiendo el filtrado en cápsula de porcelana blanca.
3. Lavar perfectamente la ceniza con agua destilada caliente.
4. Añadir tres gotas de indicador de fenoltaleina y titular, con ácido sulfúrico, al principio 0,5 M y después, cuando se aproxima el punto final, 0,05 M hasta que se produzca la decoloración.
5. Añadir tres gotas de cromato potásico y titular con solución de nitrato de plata 0,1 M hasta aparición de una tonalidad rojiza similar a la del ante.

(d)

1. Pesar 5 g de muestra en cápsula de porcelana. Incinerar como se describe en el método C7.
2. Lavar la ceniza sobre papel de filtro Whatman número 54 con agua destilada caliente. Recoger el filtrado en cápsula de porcelana blanca.
3. Añadir tres gotas de indicador de fenoltaleina y titular, con ácido sulfúrico, al principio 0,5 M, y después, cuando se aproxime el punto final, 0,05 M hasta que se produzca la decoloración.
4. Añadir tres gotas de cromato potásico y titular con nitrato de plata 0,1 M hasta aparición de una tonalidad rojiza similar a la del ante.

(e)

1. Extraer la ceniza con agua ligeramente acidificada (se prepara añadiendo unas gotas de ácido nítrico a 100 ml de agua destilada).
2. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 54 y diluir a 100 ml en matraz volumétrico.
3. Pipetar 25 ml de solución a una cápsula de porcelana blanca y añadir 5 ml de solución de alumbre férrico a saturación, 10 ml de nitrato de plata 1 M y 1 ml de nitrobenceno.
4. Titular con solución de tiocianato amónico 0,1 M hasta obtener color rojo permanente.

Notas: 1. Determinación de sal en (a) y en (d)

Porcentaje de cloruro sódico = título x 0,00585

$$\times \frac{100}{\text{peso tomado}}$$

2. Determinación de sal en (e)

Porcentaje de cloruro sódico = $(t_1 - t_2)$ x 0,00585

$$\times \frac{100}{\text{peso tomado}} \times \frac{\text{Volumen del extracto}}{\text{volumen tomado para la titulación}}$$

donde t_1 = volumen de nitrato de plata añadido
t_2 = titulación de tiocianato amónico 0,1 M

SODIO S4a-b

(a)

1. (*a*) Evaporar cantidades de 5 g de muestra líquida a sequedad e incinerar a temperatura no superior a 550° C ó
1. (*b*) Tomar de 0,1 a 1,0 g de muestra sólida e incinerar igualmente a temperatura no superior a 550° C.
2. Añadir al residuo de ceniza ácido clorhídrico concentrado p.a. y evaporar cuidadosamente hasta sequedad.
3. Repetir la adición de ácido y la evaporación.
4. Arrastrar con agua destilada la ceniza tratada a un erlenmeyer, añadir 50 ml de oxalato amónico al 17,0 por ciento y una cantidad precisa pero suficiente de solución de cloruro de litio al 17,0 por ciento para ajustar la concentración dentro del márgen de un fotómetro de llama.
5. Agitar y filtrar.
6. Atomizar cantidades fijas de solución patrón (ver nota) y construir una curva con las lecturas obtenidas.
7. Repetir usando la solución problema.
8. Calcular la cantidad de sodio presente en la solución problema y relacionarla al peso original de la muestra.

Nota: 1. Una solución madre de sodio (1000 ppm) puede prepararse disolviendo 2,542 g de cloruro sódico en agua destilada y enrasando a 1 litro.

(b)

1. Pesar 2 g de muestra en una cápsula de platino e incinerar a 450° C de temperatura.
2. Sacar de la mufla y enfriar.
3. Añadir 10 ml de ácido clorhídrico (una parte de ácido concentrado a dos partes de agua).
4. Evaporar a sequedad.
5. Repetir las etapas 3 y 4.
6. Repetir la etapa 3, calentar hasta disolver todo el material soluble en ácido y transferir con agua a través de un papel de filtro a un matraz volumétrico de 100 ml.
7. Después de lavar el papel de filtro, transferirlo a una cápsula de platino, añadir 5 ml de ácido fluorhídrico (PRECAUCION), evaporar, recoger el residuo en ácido clorhídrico concentrado y transferirlo con agua destilada al matraz volumétrico. (*Nota:* esta etapa puede omitirse si pruebas previas indican que las etapas 1 hasta 6 son suficientes para el producto objeto de análisis).

8. Enfriar el matraz y contenidos hasta 20° C y diluir hasta la señal de enrase.
9. Si existe turbidez, tomar alícuotas adecuadas y centrifugar.
10. Introducir la muestra en un espectrofotómetro de llama utilizando las condiciones siguientes:

Tipo de espectrofotómetro	– Prisma, rejilla o filtro
Línea	– 589 nm
Llama	– Aire-acetileno
Margen de análisis	– 0-100 μg
Patrón	– Cloruro sódico en ácido clorhídrico (1 por ciento)

Notas:
1. Referencia del método Philips, 1970, *Analytical Flame Spectrophotometry*, Macmillan; Perring, M. A., 1974, *J. Sci. Fd Agric., 25*, 337-245.
2. Los recipientes deben ser de vidrio borosilicato para evitar contaminación; cuando sea necesario, usar tapa de plástico que debe dejarse puesta hasta el último momento.
3. Según Perring (*loc. cit.*) la corrosión de los quemadores de acero inoxidable puede evitarse utilizando un equipo de titanio y unidades atomizadoras revestidas de fluorocarbonos.
4. La solución preparada en las etapas 1 a 9 puede usarse en la determinación de calcio, potasio y sodio. Los detalles de las condiciones espectrofométricas se dan en los apartados correspondientes.

SOLIDOS INSOLUBLES S5

1. Plegar un papel de filtro Whatman número 54 de 14 cm, colocarlo en un pesasustancias y desecarlo a 105° C hasta peso constante.
2. Tomar 20 g de muestra y, usando agua destilada caliente, arrastrarla hacia un vaso de precipitados de forma alta y 400 ml de capacidad.
3. Llevar el volumen de agua hasta 200 ml, cubrir con vidrio de reloj, y hervir durante treinta minutos.
4. Filtrar la solución caliente a través del papel de filtro previamente pesado, recogiendo el filtrado en matraz volumétrico de 500 ml.
5. Lavar perfectamente el residuo. Combinar el líquido de los lavados con el filtrado original.
6. Arrastrar el resíduo hacia el vaso de precipitados de forma alta usando agua destilada caliente y, después de llevar el volumen a 200 ml, hervir durante otros treinta minutos.

7. Filtrar a través del papel de filtro original combinando nuevamente el líquido con el filtrado original. Es esencial que todas las partículas insolubles pasen del vaso de precipitados al papel de filtro. Esto se consigue fácilmente usando un agitador de varilla de vidrio dotada de protector de goma.
8. Enfriar el filtrado a 20° C y añadir agua destilada hasta la señal de enrase. Esta solución puede usarse para determinaciones de acidez.
9. Colocar de nuevo el filtro en el pesasustancias y, después de desecar durante tres horas a 105° C, pesar. Colocar nuevamente en la estufa y desecar hasta peso constante.
10. El porcentaje de sólidos insolubles puede calcularse a partir del peso de la materia retenida en el papel de filtro. El contenido en fruta puede calcularse haciendo uso de los factores de promedios de sólidos insolubles de las frutas que se indican en la Tabla XVI.

SOLIDOS SOLUBLES S6a-b

(a)

1. Pesar 5 g de muestra en un tubo de centrífuga y añadir 25 ml de agua destilada.
2. Esperar, agitando con frecuencia, durante tres horas. Centrifugar.
3. Decantar el líquido a una cápsula de evaporación de níquel o acero inoxidable previamente pesada.
4. Evaporar a sequedad sobre baño de agua.
5. Repetir el procedimiento de extracción con otras dos alícuotas de 25,0 ml de agua destilada pero dejar durante una hora a 40-50° C.
6. Desecar el residuo combinado en estufa a 105° C durante tres horas. Pesar.
7. Calcular el porcentaje de sólidos solubles a partir del peso de la materia residual.

(b)

1. Hacer circular agua a 20° C a través de los prismas del refractómetro.
2. Comprobar que el índice de refracción del agua destilada es 1,3330 haciendo las modificaciones necesarias. Realizar otras dos comprobaciones usando líquidos orgánicos de índices de refracción conocidos.
3. Extender la muestra entre los prismas perfectamente secos y leer el índice de refracción.
4. Repetir con otras dos muestras.
5. Calcular los sólidos solubles, expresándolos en azúcar, usando los valores dados en la Tabla XVII y hacer la corrección relativa a la temperatura de acuerdo con la Tabla XVIII.

Tabla XVI

Composición extrema y media de las frutas

	Sólidos insolubles (fibra, etc.) (por cien)	*Sólidos solubles (por cien)*	*Sólidos totales (por cien)*	*Azúcares totales (por cien)*	*Acido como ácido cítrico cristalizado (por cien)*	*Pectina como pectinato cálcico bruto (por cien)*
Uvas espín						
Máxima	4,55	11,35	15,25	7,1	3,00	1,19
Mínima	1,7	6,9	9,1	2,0	1,47	0,50
Media (86 muestras)	2,61	8,65	11,06	3,51	2,22	0,81 *
Fresas						
Máxima	3,45	13,6	16,2	8,5	1,74	0,78
Mínima	1,3	5,4	7,3	3,2	0,46	0,36 **
Media (47 muestras)	2,14	8,98	11,12	5,48	0,93	0,53 **
Frambuesas						
Máxima	9,2	11,9	20,65	7,85	2,68	0,87
Mínima	4,4	5,4	10,9	1,3	1,23	0,37 ***
Media (54 muestras)	6,17	7,98	14,15	3,58	1,73	0,53 ***
Grosellas rojas						
Máxima	7,6	12,65	19,7	6,9	2,95	0,67
Mínima	4,05	9,1	13,75	4,05	2,16	0,44
Media (9 muestras)	6,02	10,17	16,19	4,80	2,54	0,58
Grosellas negras						
Máxima	7,9	16,7	22,4	8,25	4,32	1,67
Mínima	4,7	10,0	17,25	2,25	2,70	0,63
Media (20 muestras)	5,69	14,25	19,94	6,44	3,48	1,08
Cerezas (exentas de hueso)						
Máxima	2,7	14,75	17,45	10,6	1,65	0,40
Mínima	0,95	10,7	12,35	6,9	0,41	0,11
Media (12 muestras)	1,88	12,41	14,29	8,33	0,88	0,24
Ciruelas Victoria (exentas de hueso)						
Máxima	1,6	15,2	16,65	9,1	2,19	1,07
Mínima	0,9	9,6	10,5	5,9	1,15	0,61
Media (14 muestras)	1,13	12,63	13,76	7,43	1,64	0,81
Ciruelas verdes y doradas (exentas de hueso)						
Máxima	1,35	11,8	12,7	6,5	1,81	1,02
Mínima	0,85	9,1	9,95	4,5	0,97	0,67
Media (5 muestras)	1,03	10,80	11,83	5,69	1,47	0,80
Ciruelas rojas y misceláneas (exentas de hueso)						
Máxima	1,7	17,05	18,35	10,25	2,79	1,21
Mínima	0,75	9,35	10,35	3,95	0,54	0,54
Media (15 muestras)	1,22	13,10	14,32	7,56	1,74	0,82
Claudias (exentas de hueso)						
Máxima	1,35	17,25	18,3	11,3	1,44	1,03
Mínima	0,95	10,6	11,75	5,35	1,04	0,86
Media (5 muestras)	1,16	14,05	15,21	8,00	1,20	0,95

Tabla 16 (Continuación)

Manzanas						
Máxima	5,95	13,55	18,35	9,75	1,84§	1,31
Mínima	1,6	9,5	12,15	4,2	0,52§	0,49
Media (28 muestras)	2,57	11,70	14,27	7,60	1,11§	0,75
Ciruelas damascenas						
Máxima	2,8	22,65	24,95	11,45	3,62	1,52
Mínima	1,25	10,55	12,75	3,9	1,80	0,95
Media (18 muestras)	1,96	16,03	17,99	7,53	2,48	1,15
Moras negras						
Máxima	13,55	10,4	23,0	6,7	1,24	0,85
Mínima	6,6	7,85	14,45	3,3	0,52	0,22
Media (11 muestras)	9,64	9,06	18,70	5,10	0,85	0,59

* 63 muestras
** Excluidas 10 muestras tratadas con sulfito
*** Excluidas 3 muestras tratadas con sulfito
§ Como ácido málico

Ref. Macara, *Analyst*, 1931, *56*, 39

Tabla XVII

Indices de refracción de las soluciones de sacarosa a 20° C (porcentaje de peso en el aire)

Indice de refracción	0	0.001	0.002	0.003	0.004	0.005	0.006	0.007	0.008	0.009
1.33	—	—	—	0.000	0.697	1.393	2.085	2.774	3.459	4.140
1.34	4.818	5.492	6.163	6.495	7.495	8.155	8.812	9.466	10.117	10.765
1.35	11.409	12.050	12.687	13.223	13.953	14.582	15.207	15.830	16.449	17.065
1.36	17.679	18.289	18.897	19.502	20.104	20.704	21.300	21.894	22.485	23.074
1.37	23.660	24.243	24.824	25.407	25.987	26.565	27.140	27.713	28.282	28.849
1.38	29.413	29.975	30.534	31.090	31.644	32.195	32.743	33.289	33.832	34.373
1.39	34.912	35.448	35.982	36.513	37.042	37.568	38.092	38.614	39.134	39.651
1.40	40.166	40.679	41.190	41.698	42.204	42.708	43.210	43.710	44.208	44.704
1.41	45.197	45.688	46.176	46.663	47.147	47.630	48.110	48.588	49.064	49.539
1.42	50.011	50.481	50.949	51.416	51.880	52.343	52.804	53.720	53.720	54.176
1.43	54.629	55.091	55.550	56.008	56.464	56.918	57.371	57.822	58.271	58.719
1.44	59.165	59.609	60.051	60.493	60.932	61.370	61.807	62.241	62.675	63.107
1.45	63.537	63.966	64.394	64.820	65.245	65.669	66.091	66.512	66.931	67.349
1.46	67.766	68.182	68.596	69.009	69.421	69.832	70.242	70.650	71.058	71.464
1.47	71.869	72.273	72.676	73.078	73.479	73.879	74.278	74.675	75.072	75.469
1.48	75.864	76.258	76.651	77.044	77.435	77.826	78.216	78.605	78.994	79.381
1.49	79.768	80.154	80.540	80.925	—	—	—	—	—	—

Tabla XVIII

Corrección de la temperatura en las determinaciones refractométricas de los sólidos de la sacarosa

Temperatura	*Contenido en sacarosa*														
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70
	Sustraer el porcentaje de sacarosa														
10 °C	0.50	0.54	0.58	0.61	0.64	0.66	0.68	0.70	0.72	0.73	0.74	0.75	0.76	0.78	0.79
11	0.46	0.49	0.53	0.55	0.58	0.60	0.62	0.64	0.65	0.66	0.67	0.68	0.69	0.70	0.71
12	0.42	0.45	0.48	0.50	0.52	0.54	0.56	0.57	0.59	0.59	0.60	0.61	0.61	0.63	0.63
13	0.37	0.40	0.42	0.44	0.46	0.48	0.49	0.50	0.51	0.52	0.53	0.54	0.54	0.55	0.55
14	0.33	0.35	0.37	0.39	0.40	0.41	0.42	0.43	0.44	0.45	0.45	0.46	0.46	0.47	0.48
15	0.27	0.29	0.31	0.33	0.34	0.34	0.35	0.36	0.37	0.37	0.38	0.39	0.39	0.40	0.40
16	0.22	0.24	0.25	0.26	0.27	0.28	0.28	0.29	0.30	0.30	0.30	0.31	0.31	0.32	0.32
17	0.17	0.18	0.19	0.20	0.21	0.21	0.21	0.22	0.22	0.23	0.23	0.23	0.23	0.24	0.24
18	0.12	0.13	0.13	0.14	0.14	0.14	0.14	0.15	0.15	0.15	0.15	0.16	0.16	0.16	0.16
19	0.06	0.06	0.06	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08
	Añadir el porcentaje de sacarosa														
21	0.06	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08
22	0.13	0.13	0.14	0.14	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16
23	0.19	0.20	0.21	0.22	0.22	0.23	0.23	0.23	0.23	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24
24	0.26	0.27	0.28	0.29	0.30	0.30	0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.32	0.32	0.32	0.32
25	0.33	0.35	0.36	0.37	0.38	0.38	0.39	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
26	0.40	0.42	0.43	0.44	0.45	0.46	0.47	0.48	0.48	0.48	0.48	0.48	0.48	0.48	0.48
27	0.48	0.50	0.52	0.53	0.54	0.55	0.55	0.56	0.56	0.56	0.56	0.56	0.56	0.56	0.56
28	0.56	0.57	0.60	0.62	0.63	0.63	0.63	0.64	0.64	0.64	0.64	0.64	0.64	0.64	0.64
29	0.64	0.66	0.68	0.69	0.71	0.72	0.72	0.73	0.73	0.73	0.73	0.73	0.73	0.73	0.73
30	0.72	0.74	0.77	0.78	0.79	0.80	0.80	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81

Notas:

1. Referencia de la Tabla XVII, Hill, S. y W.J.H. Orchard, 1962, *International Sugar Journal, 64*, 100-102.
2. Referencia de la Tabla XVIII, I.C.U.M.S.A. International Scale of Refractive Indices of Sucrose at 20° C, 1936, *International Sugar Journal,* 1937, *39*, 225.
3. Factores para convertir el contenido en sólidos solubles, expresados en glucosa, en contenido en sólidos solubles del jarabe de la glucosa comercial.
   equivalente en dextrosa 30: x 0,957
   equivalente en dextrosa 42: x 0,968
   equivalente en dextrosa 55: x 0,980
4. Referencia del método, Cleland, J. E., J. W. Evans, E.E. Fauser y W.R. Fetzer, *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.*, 1944, *16*, 161.

SOLIDOS NO GRASOS DE LA LECHE S7a-b

(a)

1. El contenido en carbohidratos del pudín de la leche se calcula deduciendo de 100,0 la suma de grasa, lactosa, proteina, sacarosa y agua.
2. Los componentes sólidos no grasos de la leche se calculan usando los factores siguientes:
   Lactosa x 24/13
   Proteína x 24/9
   Ceniza x 24/2
3. Los componentes añadidos a la leche se pueden calcular multiplicando los componentes sólidos totales de la leche (lactosa + proteína + ceniza + grasa) por (100/12,4).

(b)

1. Pesar 10 g de mantequilla en una cápsula de acero inoxidable y calentar suavemente hasta que cese la formación de espuma.
2. Enfriar.
3. Disolver el producto residual en éter de petróleo (40-60° C) y lavarlo a través de un crisol filtrante previamente pesado, bajo ligero vacío.
4. Lavar perfectamente el residuo con éter de petróleo.
5. Desecar al aire y seguidamente desecar el crisol y su contenido en estufa a 105° C durante una hora. Pesar.
6. Calcular el contenido de la leche en sólidos no grasos a partir del peso de la sustancia contenida en el crisol.

SOLIDOS SECOS S8

Sólidos secos ≐ 100 - Contenido acuoso (pérdida de peso) como se describe en C33.

SOLIDOS SOLUBLES EN AGUA S9

1. Pesar 50 g de muestra en vaso de precipitados de 250 ml.
2. Añadir 200 ml de agua destilada y poner en ebullición.
3. Hervir a fuego lento durante treinta minutos reponiendo el agua que se pierda por evaporación.
4. Drenar, recogiendo el líquido en matraz volumétrico de 200 ml. Diluir hasta la señal de enrase.
5. Pipetar 25 ml de solución a una cápsula de níquel o acero inoxidable previamente pesada.
6. Evaporar a sequedad sobre baño de agua hirviendo.
7. Colocar cápsula y contenido en estufa mantenida a 105° C durante tres horas.
8. Pesar y volver a desecar hasta peso constante.

SOLIDOS TOTALES S10

1. Desecar una cápsula de níquel o acero inoxidable y, después de enfriada, pesarla.
2. Pipetar 25 ml de muestra líquida a la cápsula previamente tarada. Pesar.
3. Colocar cápsula y contenido sobre baño de agua hirviendo y evaporar a sequedad.
4. Colocar cápsula y contenido en estufa y desecar durante tres horas a 105° C.
5. Pesar. Colocar de nuevo la cápsula en la estufa y comprobar el peso a intervalos de treinta minutos hasta que no se produzca pérdida de peso.

SOLUBILIDAD S11

1. Pesar 5 g de muestra en matraz volumétrico de 250 ml. Diluir hasta la señal de enrase con agua destilada.
2. Agitar frecuentemente y dejar reposar durante la noche.
3. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 54 o centrifugar.
4. Pipetar 25 ml de líquido claro y evaporar a sequedad en cápsula de níquel o acero inoxidable previamente desecada y tarada.

5. Desecar el residuo durante tres horas en estufa mantenida a 105° C. Pesar.
6. Colocar de nuevo en la estufa y dejar durante treinta minutos a 105° C. Enfriar y pesar. Si se ha producido alguna alteración sustancial en el peso repetir la desecación.

SULFITOS, DETECCION DE S12

1. Tomar aproximadamente 3-5 g de muestra picada y extenderla sobre papel parafinado.
2. Añadir 0,5 ml de solución de verde de malaquita al 20 por ciento y mezclar durante dos o tres minutos.
3. Normalmente las muestras libres de sulfito se vuelven de color azul-verde. Los productos que contienen sulfito decoloran al colorante.

Nota: Referencia del método, Koplan, E., *J. A. O. A. C.*, 1961, *44*, 485.

SULFUROS S13

1. Colocar 500 ml de agua destilada y 1 g de fosfato ácido de potasio en matraz de un litro con tubuladura lateral. Conectar la tubuladura a un condensador y tapar la boca del matraz con tapón provisto de un tubo de entrada de gas. Este tubo debe penetrar por debajo del nivel del agua.
2. Colocar en el extremo libre del condensador un erlenmeyer colector de 150 ml que contiene agua destilada.
3. Poner en ebullición el agua del matraz durante cinco minutos haciendo pasar simultáneamente a través del matraz una corriente de nitrógeno.
4. Retirar la fuente de calor, dejar que el matraz se enfríe y, al mismo tiempo, aumentar el flujo de gas para evitar succiones.
5. Cuando el matraz se haya enfriado hasta el punto de ser posible mantenerlo sobre la mano (aproximadamente 50° C) añadir 100 g de material problema.
6. Sustituir el erlenmeyer colector por otro que contenga 10 ml de solución de hidróxido amónico (1 volumen de hidróxido amónico concentrado a 2 volúmenes de agua).
7. Calentar la solución hasta ebullición (interrumpir el flujo de nitrógeno).
8. Hervir la solución problema durante tiempo suficiente para recoger 30 ml de destilado.

9. Titular el contenido del matraz colector con nitrato de plata amoniacal 0,125 M. Comprobar que no precipita más plata añadiendo al destilado que se titula solución indicadora de *p*-dimetilamino benzalrhodamina al 0,03 por ciento. El punto final viene dado por la aparición de un débil color malva.

Nota: Referencia del método, Dickinson, *Analysts,* 1945, *70,* 7.

SUSTANCIAS SOLUBLES EN ACETONA S14

1. Pesar 1 g de muestra en un tubo de centrifuga previamente pesado (conteniendo una varilla de vidrio de agitación) y disolver en 1 ml de éter de petróleo.
2. Añadir 25 ml de acetona fría y colocar, agitando, en baño de agua helada.
3. Después de quitar la varilla de agitación, equilibrar el tubo de centrifuga y centrifugar a 3000 r.p.m.
4. Succionar con pipeta la capa de acetona a un matraz seco previamente pesado.
5. Repetir el tratamiento de extracción con acetona utilizando otras dos alícuotas de 25 ml de acetona fría y combinar los extractos.
6. Lavar la pipeta de succión con acetona y añadir el líquido de lavado a los extractos de acetona.
7. Destilar la acetona y desecar el matraz durante 1 hora a 105° C.
8. Después de enfriar, pesar el matraz.

Notas: 1. Las determinaciones deberán hacerse por duplicado.
2. Contenido insoluble en acetona = 100,0 - (sustancias solubles en acetona más humedad).

TAMAÑO MEDIO T1

1. Sobre una hoja de perspex taladrar 10 agujeros de forma que cada uno de ellos tenga un diámetro 2 ó 5 mm superior al del anterior. El diámetro de los dos agujeros centrales se aproximará al tamaño más común de la mayoría de las frutas o verduras que se vayan a medir.
2. Clasificar 100 unidades, tomadas como muestra de una partida determinada, anotando el número exacto de unidades que pueden pasar a través del agujero de más pequeño diámetro sin producirle daño alguno en la piel.

Notas: 1. Calcular el tamaño medio de la fruta o verdura de la forma siguiente

$$\text{TMF (tamaño medio de fruta)}^* = \frac{N_1}{100}S_1 + \frac{N_2}{100}S_2 + \frac{N_3}{100}S_3 + \frac{N_4}{100}S_4 + \frac{N_5}{100}S_5 + \frac{N_6}{100}S_6 + \frac{N_7}{100}S_7 + \frac{N_8}{100}S_8 + \frac{N_9}{100}S_9 + \frac{N_{10}}{100}S_{10}$$

donde S = diámetro del agujero menos 1 ó 2,5 mm (para un incremento de 2 y 5 mm respectivamente)

y N = número exacto de fruta que pasa a través del agujero.

* o TMV = tamaño medio de verdura.

2. Determinar la desviación típica para distintos números de fruta en las diferentes categorías.
3. Adaptado de MacLachlan, J. y R. Gormley, 1974, *J. Sci. Fd Agric., 25* 165-177.

TANINO T2

1. Tomar 5 g de muestra, añadirle 300 ml de agua destilada y someter a reflujo durante treinta minutos.
2. Enfriar, llevar a 500 ml en matraz volumétrico y dejar en reposo para que todo el material insoluble se deposite en el fondo del matraz.
3. Tomar con pipeta alícuotas de 5 ml de la solución anterior y colocarlas en un erlenmeyer de 500 ml.
4. Añadir 300 ml de agua destilada y 25 ml de indicador carmín índigo al 0,5 por ciento en ácido sulfúrico al 2,5 por ciento (v_o/v_o).
5. Titular frente a una solución estandarizada de permanganato potásico aproximadamente 0,1 M hasta que la solución cambie su coloración desde el verdoso al amarillo brillante.
6. Anotar el título, t_1.
7. Tomar otros 100 ml de la solución preparada en la etapa 2 y añadirle 100 ml de cloruro sódico a saturación y 10 g de caolín.
8. Mezclar, dejar en reposo hasta que la solución se clarifique y filtrar.
9. Tomar con pipeta 25 ml de éste filtrado, añadirle 25 ml de carmín índigo al 0,5 por ciento en ácido sulfúrico al 2,5 por ciento (v_o/v_o) y 300 ml de agua destilada.
10. Titular utilizando una solución estandarizada de permanganato potásico de aproximadamente 0,1 M.
11. Anotar el título, t_2.

Notas:
1. $t_1 - t_2$ es la cantidad de permanganato potásico oxidado por el tanino.
2. 1 ml de permanganato potásico 0,1 M equivale a 0,042 g de tanino.
3. Una solución aproximadamente 0,1 M puede prepararse disolviendo 1,333 g de permanganato potásico a un litro de agua destilada y estandarizar frente a oxalato sódico 0,1 M.

TEXTURA T3a-e

(a)

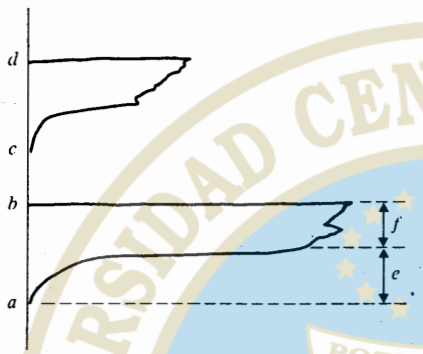
Prueba "Back extrusion"

1. Despreciar el líquido de enlatado y dejar escurrir la muestra.
2. Poner una cantidad fija de muestra escurrida, en la célula cilíndrica de extrusión con una abertura anular de 4 mm y colocarla en el texturómetro ajustado con una fuerza a fondo de escala de 200 kg y una velocidad de registro de 200 mm min^{-1}.
3. Dejar que el émbolo descienda a la velocidad de 200 mm min^{-1} al objeto de que el material penetre en la cubeta y la comprima hasta un espesor de penetración predeterminado.
4. Retirar el émbolo y la célula.
5. Repetir la prueba y si es preciso volver a colocar la fracción de muestra extruida.

Notas:
1. El registro mostrará la "compresión inicial" y las características de "compresión y extrusión" de la muestra.
2. La distancia recorrida durante la "compresión inicial" y la intensidad de la fuerza al comienzo es una medida de la dureza y de la compresibilidad de la muestra.
3. La intensidad de la fuerza durante la extrusión es una medida de la resistencia al flujo en relación a la viscosidad de los agregados de la muestra.
4. Comparando los resultados entre la prueba repetida (etapa 5) y el valor inicial puede conocerse la capacidad de recuperación de la muestra.
5. Un cambio en el nivel de fuerza empleada entre pruebas sucesivas es indicativo de la dureza.
6. Para poder comparar diferentes pruebas, estas deben realizarse bajo condiciones completamente normalizadas.

7. En la página 267 se da una descripción general del equipo de prueba y en la Figura 6 se muestra un registro típico

Fig. 6



Punto *a* = comienzo de la prueba
punto *b* = final de la primera prueba
punto *c* = comienzo de la segunda prueba
punto *d* = final de la segunda prueba
longitud *e* = compresión inicial
longitud *f* = compresión y extrusión

$$\text{recuperación} = \frac{\text{longitud } ab}{\text{longitud } cd}$$

$$\text{dureza} = \frac{\text{fuerza máxima de la primera prueba}}{\text{fuerza máxima de la segunda prueba}}$$

(b)

Prueba del "Yunque de compresión" ("compression anvil")

1. Cortar una rebanada cúbica o cilindrica del material de la muestra de tamaño predeterminado pero constante. Para ensayo se aconseja 12 mm de espesor.
2. Colocar la muestra en la plataforma de un yunque de compresión del texturómetro operando con una fuerza a fondo de escala de 500 g y una velocidad de registro de 200 mm min^{-1}.
3. Dejar que el cabezal del texturómetro comprima a la muestra a una velocidad de 40 mm min^{-1} hasta que el espesor se reduzca en un 25 por ciento. Esto significa una pérdida de 3 mm por lo que el nuevo espesor es de 9 mm.
4. Repetir la prueba usando otras rodajas de muestra.
5. Medir la distancia horizontal desde el comienzo de la compresión hasta el punto opuesto del máximo de fuerza, α.
6. Medir la línea vertical que va desde la parte más alta del máximo de fuerza hasta la línea base, β.

Notas:
1. Los resultados variarán si las muestras no se toman del centro del material o si estas incluyen los bordes del producto.
2. La relación α/β mide la compresibilidad.
3. La inclinacion de la parte ascendente del registro puede expresarse en kg mm^{-1} o en lb/in e indica el aumento de dureza.
4. La elasticidad de la muestra viene dada por la relación de la distancia horizontal existente entre el comienzo de la compresión y el punto más alto del pico, α, y entre éste último y el final de la compresión (recuperación π).
5. Al objeto de obtener resultados constantes deben realizarse pruebas de deformación en condiciones extrictamente controladas.
6. En la página 267 se da una descripción general del equipo de prueba y en la Figura 7 se muestra un registro típico.

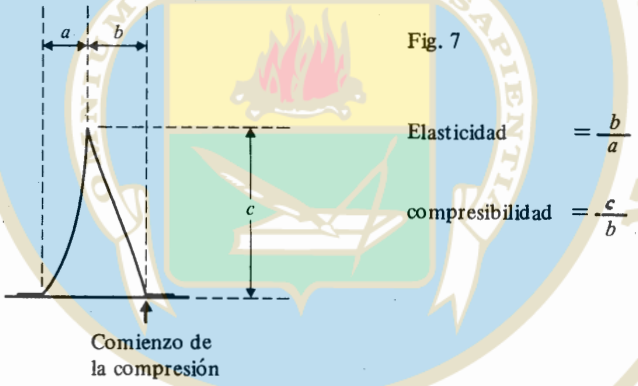


Fig. 7

T - b

1. Como en T, pero usando muestras cúbicas de 13 mm de espesor mantenidas a 4º C y comprimidas dos veces sucesivas en un texturómetro Instron a una velocidad de penetración de 40 mm min^{-1}, con una fuerza a fondo de escala de 20 kg y una velocidad de registro de 400 mm min^{-1}.

Notas:
1. La distancia a lo largo del registro es la décima parte de la deformación de la muestra o de la recuperación en condiciones fijas.

2. La capacidad de cohesión de la muestra se deduce comparando el área del registro y la línea base de una prueba repetida con la obtenida durante la primera determinación.
3. La altura del pico obtenido durante la primera determinación es un índice de la firmeza de la muestra.
4. El área de la parte del registro que desciende por debajo de la línea base entre la primera y segunda prueba indica la capacidad de adhesión.
5. Los resultados obtenidos varian con la composición, estructura física y manipulación previa de la muestra así como con la velocidad de la prueba.
6. En la página 267 se da una descripción general del equipo de prueba y en la Figura 8 se muestra un registro típico.

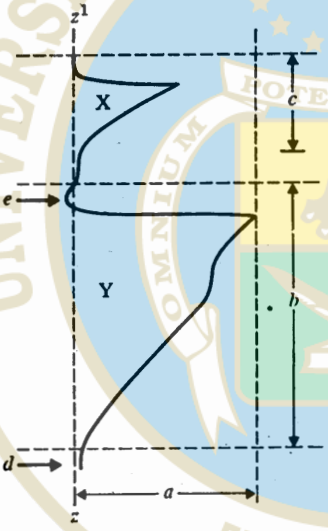


Fig. 8

punto d = comienzo
longitud b = primera prueba
longitud c = segunda prueba
longitud a = firmeza
adhesividad = área por debajo de la línea base zz^1 en e

$$\text{cohesividad} = \frac{\text{área Y}}{\text{área X}}$$

fuerza de tensión = por debajo de la línea base zz^1
fuerza de compresión = por encima de la línea base zz^1

Prensa de cizalla "Kramer"

(c)

1. Llenar una célula de prueba de cizalla "Kramer" con un peso exacto de sustancia problema y colocarla sobre la plataforma del texturómetro Instron.
2. Ajustar el instrumento de forma que la porción fija con cuchillas del "Kramer" avance hacia la muestra a 400 mm min^{-1}, como una fuerza a fondo de escala de 200 kg y una velocidad de registro de 44 mm min^{-1}.

3. Disponer las cuchillas para que se detengan cuando hayan avanzado una distancia predeterminada que las albergará dentro de las ranuras de la parte inferior de la célula.
4. Analizar el registro.

Notas:
1. Un registro muestra normalmente una parte inicial relativamente uniforme, una curva ascendente, una sección en pico durante la cual tiene lugar el aplastamiento a la vez que una cierta extrusión a través de la placa inferior y finalmente un descenso de la curva hacia la línea base.
2. La conducta de la textura viene dada por la comparación entre los resultados de diferentes muestras.
3. El área de la curva es un índice de la energía total requerida por la muestra y puede utilizarse con fines comparativos.
4. En la página 267 se da una descripción general del equipo de prueba.

Textura - Prensa de cizalla "Kramer" (encurtidos de legumbres, remolachas)

1. Quitar la piel y cortar una superficie horizontal.
2. Retirar la parte central de la fruta utilizando un taladrador adecuado (alrededor de 2,5 cm de ancho).
3. Cortar la muestra, sin la parte central, en rodajas de 1,25 cm de ancho.
4. Determinar la textura en muestras de 100 g en un texturómetro Instron utilizando una prensa de cizalla "Kramer", células de prueba patrón y una fuerza a fondo de escala de 5.000 kg.

Nota:
1. Referencia del método, Gormley, T.R., *et al.*, 1973, *J. Fd. Tech., 8,* 77-87.

(d)
Prueba de Penetración "Magness Taylor"

1. Colocar la muestra en la plataforma de prueba de un texturómetro y bajar el medidor "Magness Taylor" (el diámetro aconsejado es de 11 mm) sobre la superficie de la muestra.
2. Dejar que la superficie esférica terminal del medidor penetre en la muestra utilizando un sistema de conducción a la velocidad de 100 mm min^{-1}, con una fuerza a fondo de escala de 10 kg y una velocidad de registro de 100 mm min^{-1}.
3. Disponer los controles para detener el aparato cuando se haya alcanzado un nivel de penetración previamente fijado (se aconseja 8 mm).

4. Repetir la prueba utilizando el lado opuesto de la sustancia problema.
5. Realizar pruebas adicionales con muestras peladas.

Notas:
1. La resistencia de la piel se mide por comparación entre los registros de muestras con y sin piel.
2. Para comprobar las propiedades de las muestras peladas puede utilizarse el máximo de fuerza obtenido, la fuerza desarrollada en el nivel predeterminado de penetración y el punto "bioyield" (o punto en el que cambia de forma manifiesta el ascenso inicial).
3. En la página 267 se da una descripción general del equipo de prueba y en la Figura 9 se muestra un registro típico.

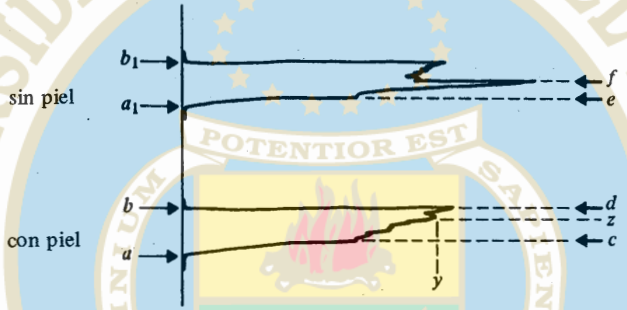


Fig. 9

punto a y a_1 = comienzo de la prueba
punto c = punto "bioyield"
punto z = penetración de 8 mm
punto y = fuerza en el punto z
curva ae y af = resistencia de la piel

(e)

Prueba de cizalla "Warner Bratzler"

1. Tomar la muestra a 13 mm ó 15 mm de la parte central de la sustancia problema.
2. Introducir la muestra en la abertura triangular del dispositivo de guillotina de un medidor de carne "Warner Bratzler" acoplado a un texturómetro Instron.
3. Someter a la fuerza de cizalla por acción de la cuchilla móvil entre dos barras rectangulares de la célula operando a una veloci-

dad de avance de 100 mm min^{-1}, con una fuerza a fondo de escala de 10 kg y una velocidad de registro de 100 mm min^{-1}.

4. Observar sobre el registro el máximo de fuerza necesario para cizallar la muestra y la variación en la intensidad de la fuerza.

Notas:

1. Los resultados estarán influenciados por las variaciones existentes en la grasa muscular y en el contenido, densidad, tamaño, longitud y orientación de la fibra muscular.
2. El ascenso inicial del registro se debe a la compresión inicial de la muestra por la cuchilla antes de someterla a la fuerza de cizalla.
3. La naturaleza no lineal que se apreciará en la etapa de compresión es debida al progresivo aumento en la superficie de contacto con la cuchilla.
4. Un "plateau" en el máximo de fuerza registrado se debe a la fricción existente entre la muestra y la cuchilla..
5. En la página 267 se da una descripción general del equipo de prueba y en la Figura 10 se muestra un registro típico.

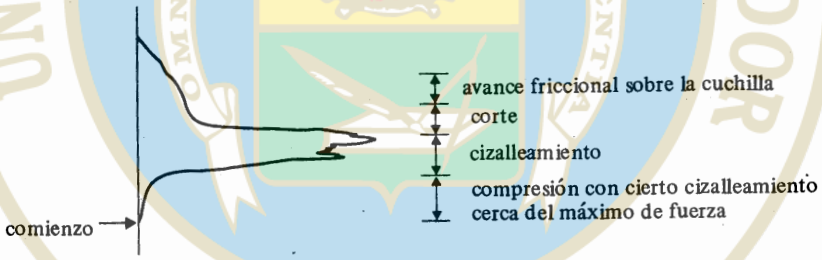


Fig. 10

YODO Y9

1. Disolver 50 g de muestra en agua destilada y diluir a 250 ml en matraz volumétrico. Filtrar a través de papel de filtro Whatman número 54.
2. Tomar 200 ml de la solución filtrada y acidificada con ácido sulfúrico hasta que vire el indicador anaranjado de metilo.
3. Añadir 1 ml de agua saturada de bromo y unas perlas de vidrio.

4. Hervir la solución justamente hasta que el material comience a cristalizar. Redisolver añadiendo más agua destilada.
5. Añadir 2 ml de solución de ácido sulfúrico M, 0,2 g de yoduro potásico p. a. y titular usando solución de tiosulfato sódico 0,005 M y solución recién preparada de almidón al 1 por ciento como indicador.

Nota: 1 ml de tiosulfato sódico 0,005 M ≡ 0,000105 gramos de yodo.

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
POTENTIOR EST OMNIUM SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
POTENTIOR EST
OMNIUM
SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

SECCION III

Notas sobre los métodos generales de laboratorio utilizados en análisis de alimentos

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
OMNIUM POTENTIOR EST SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
POTENTIOR EST
OMNIUM
SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

Al objeto de evitar que se produzcan errores ajenos a la eficacia y exactitud del analista, hay que seguir los procedimientos correctos en la toma de muestra. Con frecuencia esto escapa al control del químico, pero los procedimientos en cuestión pueden aplicarse una vez que se recibe en el laboratorio la muestra bruta.

La toma de muestras de los *materiales granulares o pulverulentos* se realiza de la siguiente forma: depositar los gránulos o polvos sobre una gran hoja de papel y mezclar con una espátula. Trazar una cruz sobre el montón de material apilado. Eliminar dos de los segmentos diagonalmente opuestos y volverlos a introducir en el paquete. Volver a mezclar con la espátula y trazar nuevamente una cruz sobre el montón de polvo. Eliminar dos de los segmentos opuestos diagonalmente e introducirlos en el paquete original. Continuar este procedimiento hasta que se quede una muestra de unos 250 gramos. Transferir a un frasco de muestra y tapar herméticamente. Cuando sea preciso, triturar los gránulos antes de transferir al frasco de muestra.

Para tomar muestras de *carne y productos cárnicos* separar la carne del hueso, de la piel y de la capa superficial. La carne o mezcla cárnica se hará pasar entonces por una máquina picadora para convertirla en picadillo fino. Transferir al frasco de muestra y almacenar en refrigeración.

Los *materiales semisólidos o con fases líquida y sólida mezcladas,* tales como el queso y el chocolate deben desmenuzarse groseramente. En la toma de la muestra del material desmenuzado debe seguirse la técnica descrita para los materiales pulverulentos.

Las *pastas semiviscosas,* como el pudín de leche y los *líquidos que contienen sólidos* tales como las frutas troceadas en almíbar, tienen que homogeneizarse en una batidora de alta velocidad. La muestra debe embotellarse inmediatamente.

RECIPIENTES PARA MUESTRAS

Para almacenar las muestras de alimento se utilizarán frascos de vidrio o politeno. Estos recipientes tienen que secarse cuidadosamente antes del uso. Hay que prestar especial atención a la tapadera. El agua puede quedar retenida en el enroscado de la tapadera dando lugar a resultados erróneos durante el análisis. Los recipientes de politeno tienen el inconveniente de la dificultad con que se adhieren las etiquetas.

ETIQUETADO Y HOJAS DE REGISTRO

Una vez tomada la muestra ésta se etiquetará y registrará inmediatamente. La información mínima requerida para identificar la muestra es la siguiente:

número consecutivo de la muestra
tipo de muestra
número del lote o producto
fecha y hora de la toma de muestra
fecha de recepción en el laboratorio
fecha de análisis
analista
suministrador de la materia prima
características especiales (si las hay)

Deberán registrarse breves detalles de todas las muestras recibidas inmediatamente después de su recepción en el laboratorio. Esta tarea puede realizarla el miembro más joven del equipo o el personal laborante o administrativo si es que existe. La información de la etiqueta debe repetirse en la hoja de registro o en el libro de registro. Por supuesto el analista deberá registrar todos los detalles de la muestra, pesos, cálculos y conclusiones de forma permanente para posibles consultas futuras. La utilización de hojas de registro impresas o duplicadas tienen por tanto considerables ventajas que compensan su mayor coste. En la Figura 11a y b, se muestra un ejemplo de una hoja de registro cumplimentada de una muestra de sebo en rama.

ABREVIATURAS UTILES AL CUMPLIMENTAR HOJAS DE REGISTRO

g	– gramo (s)
ml	– mililitro
cm	– centímetro
mm	– milímetro
por ciento p_o/v_o	– peso de componente disuelto en 100,0 ml de solución.
por ciento v_o/v_o	– volumen de componente en 100,0 ml de solución.
por ciento p_o/p_o	– peso de componente en 100,0 g de muestra.

Otra abreviatura útil de la taquigrafía científica que se menciona en el texto es la que indica la dilución de una solución. El método de escribirla consiste en indicar primero el volumen que se ha tomado y seguidamente, separado por una raya inclinada, el volumen final de la dilución. Por ejemplo, 25/250 indica que 25 ml de solución han sido diluidos a 250 ml.

HOJA DE REGISTRO			
Número de la muestra	7/162	Muestra	Sebo en rama
Fecha de recepción	18/4/75	Número del producto/ remesa	18/6/B
Fecha de análisis	19/4/75	Abastecedor de la materia prima	–
Fecha del registro	21/4/75	Características especiales	Ninguna
Analista	J.P.V.		
Cálculos comprobados por	Y.M.L.		
Agua, por ciento p./p.			0,8
Grasa, por ciento p./p.			83,1
Material de relleno añadido, por ciento p./p.			16,1
Decisión a tomar	El material de relleno es excesivo. Se recomiendan posteriores averiguaciones en tal sentido.		

Fig. 11a. Anverso de una hoja de registro de laboratorio cumplimentada.

EXACTITUD

Muchos químicos son deficientes matemáticos. Por dicha razón es aconsejable que un colaborador compruebe todos los cálculos para evitar que se cometan errores que puedan lesionar la reputación del laboratorio. La estrañeza inicial que conlleva la introducción de este procedimiento, pronto desaparece y el sistema adquiere una ventaja adicional que induce al esmero.

Todas las determinaciones deberán realizarse por duplicado.

Los analistas que intentan obtener resultados que coincidan en la segunda cifra decimal pierden el tiempo y se esmeran innecesariamente. En la mayoría de los análisis que se realizan en los laboratorios de control basta con que en los resultados se indique la primera cifra decimal. Los resultados con más decimales carecen normalmente de sentido cuando van a referirse a pesos de partidas comerciales.

Tal proceder induce a pérdidas de tiempo adicionales intentando obtener un grado de exactitud que no tiene importancia en el cálculo de los resultados.

Cuando se determina la acidez de un producto basta con saber que se tomaron 20,2 gramos de producto y que, una vez disueltos, se

Humedad

Cápsula + muestra	37,755 g	Cápsula + muestra	41,182 g
Cápsula 14	32,647 g	Cápsula 8	36,154 g
Muestra	5,108 g	Muestra	5,028 g

Después de la desecación

Cápsula + muestra a) 3 h.	37,725 g	Cápsula + muestra a)	41,152 g
b) 3,5 h.	37,717 g	b)	41,144 g
c) 4 h.	37,715 g	c)	41,141 g
Cápsula + muestra (peso original)	37,755 g	Cápsula + muestra (peso original)	41,182 g
Pérdida de peso	0,040 g	Pérdida de peso	0,039 g

$$\%\text{ de agua} = \frac{0{,}040}{5{,}108} \times 100 = 0{,}8$$

$$\%\text{ de agua} = \frac{0{,}039}{5{,}028} \times 100 = 0{,}8$$

% Contenido medio de agua = 0,8

Material de relleno añadido

Pesasustancias + papel de filtro + sebo	28,702 g	Pesasustancias + papel de filtro + sebo	27,950 g
Pesasustancias + papel de filtro	18,684 g	Pesasustancias + papel de filtro	17,870 g
Sebo en rama	10,018 g	Sebo en rama	10,080 g

Después de la extracción

Pesasustancias + papel de filtro + material de relleno	20,292 g	Pesasustancias + papel de filtro + material de relleno	19,482 g
Pesasustancias + papel de filtro	18,684 g	Pesasustancias + papel de filtro	17,870 g
Material de relleno	1,608 g	Material de relleno	1,612 g

$$\%\text{ de material de relleno} = \frac{1{,}608}{10{,}018} \times 100$$

$$\%\text{ de material de relleno} = \frac{1{,}612}{10{,}080} \times 100$$

% de material de relleno (media) = 16,1

Grasa % de grasa = 100,0 - (16,1 + 0,8) = 83,1

Fig. 11b. Reverso de una hoja de registro de laboratorio cumplimentada.

neutralizaron con 10,2 ml de hidróxido sódico 0,1 M. El precisar con más escrúpulo el peso de la muestra o el volumen de agente valorante consumido no mejora el resultado ni aumenta su significación desde el punto de vista industrial. A este respecto conviene tener en consideración la hoja de registro que se reproduce en la Figura 11b (pág. 234). En este caso el analista tampoco necesitaba precisar en la pesada hasta la tercera cifra decimal.

También se pierde tiempo debido al constante empeño de los analistas en pesar la cantidad justa que indica el método de análisis. Por ejemplo, si el método especifica 5 gramos, el analista meticuloso pesa 5,000 gramos para simplificar los cálculos. Tal proceder puede prolongar muchos minutos el tiempo invertido en efectuar la pesada. Se invierte mucho menos tiempo y se obtiene el mismo resultado pesando una cantidad que se aproxime a 5 gramos, por ejemplo 5,122 g, y haciendo la corrección del resultado con una regla de cálculo o con una calculadora.

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
POTENTIOR EST OMNIUM SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

USO DE DESECADORES

Para evitar repeticiones, en el texto de la Sección de Métodos no se indica reiteradamente la forma de usar los desecadores. Siempre que se saque una cápsula de una estufa caliente, aquella se colocará en un desecador para que se enfríe. Los análisis deberán seguir este procedimiento al hacer uso de los métodos que se detallan en la Sección II.

El cloruro cálcico fundido, granular, con un tamaño de partícula que oscila entre cuatro y ocho mallas es una de las sustancias desecantes que más se emplean. Sin embargo, el cloruro cálcico no es un desecante muy eficaz. El ácido sulfúrico concentrado es mejor deshidratante pero es incómodo porque existe peligro contínuo de que se produzcan salpicaduras. Si es necesario usar este material, las salpicaduras pueden reducirse al mínimo cubriendo parcialmente la cámara de desecación con porcelana perforada. Un desecante mucho mejor es la sílica gel tratada. Este desecante puede adquirirse con un cambio de color visual que indica cuando debe ser regenerado. Los desecantes más poderosos son el perclorado magnésico y el pentóxido de fósforo. Ambos son caros y además su manipulación es delicada.

Una vez que la cápsula caliente se coloca en el desecador hay que dejar transcurrir varios segundos para permitir que escape el aire caliente. Si el aire caliente quedase retenido en el desecador, la tapadera se levantaría y la corriente producida podría determinar pérdidas de sustancia.

Al sacar la cápsula del desecador es preciso tener mucho cuidado. La tapadera o llave de entrada del aire tiene que abrirse lentamente para permitir que el vacío desaparezca de una forma gradual. Si el aire entra bruscamente, y en el caso de que se trate de una ceniza poco pesada, pueden producirse pérdidas de materia. El borde de la tapadera y el del desecador tienen que lubricarse frecuentemente con grasa de silicona para facilitar la apertura.

PESADAS

Muchos métodos especifican pesar la muestra en un recipiente de 250 ml, o incluso mayor. Aunque algunos de estos recipientes se mantienen estables sobre el platillo, su peso puede perjudicar al delicado mecanismo de la balanza. Cuando se especifican recipientes de

este tipo, es recomendable que las pesadas se realicen por la siguiente técnica de diferencia:

1. Pesar groseramente una navecilla de muestras con un pincel de pelo de camello.
2. Añadir aproximadamente a la navecilla el peso de muestra especificado.
3. Pesar con exactitud.
4. Usando el pincel de pelo de camello transferir la muestra al recipiente de ensayo.
5. Volver a pesar con exactitud la navecilla de muestras con el pincel.

Cuando se trata de sustancias viscosas pueden usarse procedimientos similares sustituyendo la navecilla por un recipiente pequeño y una varilla de vidrio.

FILTRACION

Todos los papeles de filtro mencionados en el texto son de la marca Whatman. La Tabla XIX señala las características de estos papeles de filtro por sí los analistas desean usar filtros similares de otras marcas.

Los papeles de filtro tienen que humedecerse con el solvente antes de añadir el líquido para su filtración. El líquido a filtrar se verterá

Tabla XIX

Grados de los principales papeles de filtro Whatman

	Cualitativo	*Lavado una vez con ácido*	*Endurecido y lavado una vez con ácido*	*Lavado dos veces con ácido*	*Endurecido y lavado dos veces con ácido*
Filtración rápida (precipitados groseros o gelatinosos)	4	31	54	41	541
Media	1 2	30	52	40	540
Filtración lenta (Alta retención)	5	32	50	42	542
Porcentaje de cenizas g por 100 g	0,05-0,06	0,025	0,025	0,010	0,008

(Sólo se indica un número limitado de los papeles de filtro existentes).

de forma que se deslice sobre una varilla de vidrio que se apoya en la boca del recipiente y se dirige hacia el embudo. Este proceder evita en gran parte el riesgo de que se produzcan salpicaduras. La utilidad de las varillas agitadoras de vidrio aumenta si se les pone en la parte terminal un protector de goma. Como protector de goma puede usarse un tubo de goma de diámetro apropiado y 2,5 cm de longitud. El protector de goma que cubre a la varilla sirve para desprender las sustancias que queden adheridas a las paredes del recipiente. Por otra parte tales protectores reducen el riesgo de roturas cuando se agita enérgicamente.

Siempre que se realicen determinaciones en las cuales hay que incinerar el precipitado o residuo es preciso cerciorarse de que se emplean papeles de filtro "sin cenizas".

Los papeles de filtro pueden emplearse también para contener sustancias viscosas que van a ser sometidas a pruebas destructivas. Igualmente pueden utilizarse para contener muestras pulverulentas que subsiguientemente se van a extraer con solventes. Para la última operación pueden adquirirse cartuchos de papel de filtro prefabricados que resultan particularmente útiles en las determinaciones de grasa con el aparato de Soxhlet. En lugar de utilizar dichos cartuchos, es posible construir recipientes similares con papeles de filtro.

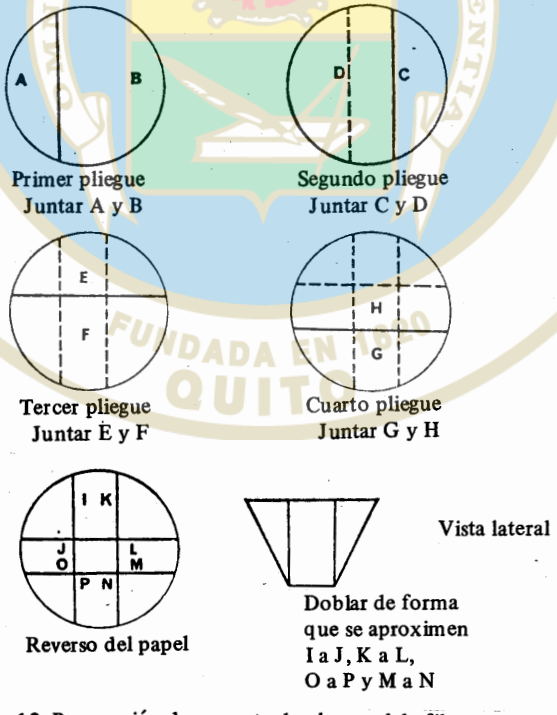


Fig. 12. Preparación de un cartucho de papel de filtro.

El método de preparación se muestra en la Figura 12. Para los ensayos destructivos deben utilizarse papeles de filtro de 11 cm y para la extracción con solventes papeles de filtro de 15 cm.

Para filtrar soluciones a vacío deben utilizarse papeles de filtro de doble resistencia. A medida que se obturan los poros del papel de filtro es preciso aumentar el vacío. Para evitar succiones, el frasco principal debe desconectarse antes de interrumpir el vacío. Cuando el vacío se produce con una trompa de agua se requiere intercalar entre el frasco de filtración y la trompa un frasco de seguridad.

SOLUCIONES PATRONES E INDICADORES

Todas las soluciones patrones tienen que ser valoradas frente a soluciones de normalidad conocida. Es preferible multiplicar los resultados de las titulaciones por factores de solución que hacer adiciones contínuas de producto o de agua para ajustar la solución madre al valor patrón. Los factores de solución pueden calcularse de la forma siguiente:

$$\text{factor} = \frac{\text{ml de solución patrón gastados en la neutralización}}{\text{ml tomados de la "solución problema"}} \times 1000$$

Conviene hacer las titulaciones sobre un azulejo blanco o sobre una placa base de color blanco para facilitar la observación del cambio de color. No siempre se tiene en cuenta que muchos varones padecen daltonismo. A esta causa se deben resultados imprecisos obtenidos por algunos analistas. Si se sospecha que la vista del analista adolece de este defecto tienen que utilizarse indicadores apropiados. En la Tabla XXI se señalan los cambios de color de diversos indicadores de uso frecuente. En la Tabla XXII se indica la normalidad de las soluciones de ácidos concentrados.

Notas:

1. El márgen de pH puede cambiar con : (*a*) altas concentraciones de indicador; (*b*) aumento de temperatura; (*c*) utilización de solventes no acuosos y (*d*) efecto del dióxido de carbono de la solución.
2. Para mejorar el cambio de color y reducir el márgen de viraje del pH puede usarse mezclas de indicadores cuidadosamente escogidas.

Tabla XX

Preparación de las soluciones indicadoras usadas en la sección de métodos

Indicador	*Preparación*
Fenoltaleina	1 g de sustancia pura se disuelve y diluye a 100 ml con etanol
Indicador rojo de metilo/azul de metileno	Mezclar a partes iguales de solución acuosa de rojo de metilo al 0,2 por ciento y solución acuosa de azul de metileno al 0,1 por ciento
Azul de bromofenol	0,1 g de sustancia pura se disuelve y diluye a 100 ml con agua destilada
Azul de metileno	1 g de indicador puro se disuelve y diluye a 100 ml con agua destilada

Tabla XXI

Cambios de color y márgen de pH de algunos indicadores

Indicador	*Márgen de pH*	*Color en solución ácida*	*Color en solución alcalina*
Azul de cresilo brillante (ácido)	0,0-1,0	Rojo-Naranja	Azul
Rojo de cresol (ácido)	0,2-1,8	Rojo	Amarillo
Rojo de quinaldina	1,0-2,0	Incoloro	Rojo
Azul de timól (ácido)	1,2-2,8	Rojo	Amarillo
Púrpura de metacresol	1,2-2,8	Rojo	Amarillo
Azul de bromofenol	2,8-4,6	Amarillo	Azul
Amarillo de metilo	2,9-4,0	Rojo	Amarillo
Anaranjado de metilo	3,1-4,4	Rojo	Amarillo
Rojo Congo	3,0-5,0	Violeta	Rojo
Verde de bromocresol	3,8-5,4	Amarillo	Azul
Rojo de metilo	4,2-6,3	Rojo	Amarillo
Rojo de clorofenol	4,8-6,4	Amarillo	Rojo
p-Nitrofenol	5,6-7,6	Incoloro	Amarillo
Púrpura de bromocresol	5,2-6,8	Amarillo	Púrpura
Tornasol	5,0-8,0	Rojo	Azul
Azul de bromotimol	6,0-7,6	Amarillo	Azul
Rojo neutro	6,8-8,0	Rojo	Anaranjado
Rojo de fenol	6,8-8,4	Amarillo	Rojo
Rojo de cresol (base)	7,2-8,8	Amarillo	Rojo
alfa-Naftolftaleina	7,3-8,8	Amarillo	Azul
Azul de timol (base)	8,0-9,6	Amarillo	Azul
Fenoltaleina	8,3-10,0	Incoloro	Rojo
Cúrcuma	8,0-10,0	Amarillo	Anaranjado
Timolftaleina	8,3-10,5	Incoloro	Azul
Amarillo de alizarina R	10,1-12,0	Amarillo	Anaranjado rojo

Tabla XXII

Concentración de las soluciones acuosas de diversos ácidos comunes y del hidróxido amónico

Sustancia	*Aproximado*			*Volumen a tomar para preparar 1 litro de solución aproximada. normal (ml)*
	Por ciento p_o/p_o	*Peso específico*	*Normalidad*	
Acido clorhídrico		1,18	11,3	89
Acido nítrico	70	1,42	16,0	63
Acido sulfúrico	96	1,84	36,0	28
Acido fosfórico	85	1,69	41,1	23
Acido acético	69,5	1,05	17,4	58
Hidróxido amónico	27 (ammonia)	0,90	14,3	71

DETERMINACIONES DE HUMEDAD

La diversidad de procedimientos analíticos para determinar la humedad que se incluyen en la Sección de Métodos refleja la dificultad que existe para determinar el más simple de todos los componentes de los productos alimenticios. Muchos de los resultados indicados en los trabajos de investigación, referidos como contenido en humedad verdadero son incorrectos. Muchos alimentos contienen una fracción de agua que se halla firmemente unida y que no se libera durante la desecación. La determinación de la humedad basada en la desecación debería denominarse "pérdida de desecación". En este libro usaremos el término contenido en humedad porque se acepta universalmente para expresar tales resultados. La pequeña cantidad de agua que permanece en el producto tiene escasa importancia en el control químico siempre que el método utilizado proporcione resultados reproductibles que se hallen en relación con las propiedades del producto.

Los recipientes más apropiados para realizar las determinaciones de humedad son las cápsulas de níquel o acero inoxidable. Dichas cápsulas, y sus correspondientes tapaderas, deben tener grabados números consecutivos para facilitar la identificación durante el análisis. Puede ahorrarse algún tiempo utilizando cápsulas de porcelana en la determinación de humedad. Las muestras pueden incinerarse inmediatamente después de haber determinado la humedad.

Para que la pérdida de humedad sea rápida y uniforme la muestra debe extenderse por toda la base del recipiente. Las estufas de desecación deben funcionar a 105° C ya que ésta temperatura es aproximada para determinar la humedad de la mayor parte de los productos alimenticios. Algunos indican que los productos que contienen azú-

car pueden descomponerse a dicha temperatura. Tal descomposición puede evitarse calentando los productos a 70° C bajo vacío. Este procedimiento reduce considerablemente el tiempo de desecación. Muchas estufas de laboratorio no tienen un sistema eficaz de circulación de aire y en consecuencia el uso de determinados estantes deben normalizarse mediante pruebas previas.

Los productos "húmedos" o higroscópicos tienen que mezclarse con algún material de soporte para facilitar la desecación aumentando la superficie de evaporación. Dos productos adecuados a tal fin son la arena lavada con ácido y la "celita".

La determinación de la humedad verdadera se realiza por el métodos de Karl Fischer. Este método depende de la reacción entre el yodo y el dióxido de azufre en presencia de agua. La titulación puede seguirse visual o eléctricamente. La última es más apropiada como procedimiento de control pero exige equipo relativamente caro. Para que los resultados sean exactos el reactivo de Karl Fischer tiene que estandarizarse diariamente. Es preciso efectuar determinaciones en blanco puesto que la reacción no llega a completarse de acuerdo con la teoría.

El contenido en humedad de las soluciones de azúcar puede, en ciertas circunstancias, estimarse a partir de otras propiedades. Es posible determinar el contenido en humedad de las soluciones simples de azúcar a partir de su peso específico, de su índice de refracción y de su rotación óptica.

Un método para determinar la humedad que no ha tenido gran aceptación en la industria de los alimentos es el de los medidores eléctricos de humedad. Los principios en que se basa más comúnmente el equipo de éste tipo son la resistividad y la constante dieléctrica. Las medidas de resistividad no son adecuadas para determinar bajos contenidos en humedad pero los instrumentos requieren un circuito muy simple y en consencuencia no son caros. Los instrumentos que se basan en la medida de la constante dieléctrica no se hallan como los anteriores limitados a productos de alto contenido acuoso pero adolecen de una mayor complejidad eléctrica. Los medidores eléctricos de humedad tienen que calibrarse para cada uno de los productos alimenticios objeto de ensayo. Los cambios sustanciales en la fórmula del producto imponen la necesidad de volver a calibrar el aparato. El área de la superficie del material que se coloca en la copa de ensayo de los medidores eléctricos debe ser aproximadamente constante. Los medidores eléctricos de humedad son sumamente útiles para llevar a cabo comprobaciones rápidas en los procesos discontínuos.

DETERMINACIONES DE CENIZAS

Las cápsulas de platino son los mejores recipientes para efectuar

las determinaciones de cenizas. Sin embargo son caros y el desembolso que hay que realizar para adquirir un par de cápsulas es difícil de justificar pudiendo adquirirlas de otro material. Las cápsulas de platino son atacadas por las cenizas que poseen elevado contenido en metales. Las cápsulas de porcelana o de vidrio resistente al calor pueden usarse en sustitución de las cápsulas de platino.

Antes de incinerar en un horno mufla, las muestras deben colocarse sobre la llama de un mechero bunsen o Argand. Este procedimiento de carbonización deberá hacerse siempre en campana de gases debido a la gran cantidad de carbón liberado durante el calentamiento.

Después de carbonizada, la muestra se incinerará a 550-570° C en horno de mufla. Esta temperatura se alcanza aproximadamente cuando en el interior del horno aparece un color rojo oscuro. A temperaturas superiores a 600° C se produce una pérdida considerable de cloruros que afecta a la validez de las subsiguientes determinaciones de sal. Si se observa que el producto tarda en convertirse en ceniza blanca deben añadirse unas gotas de carbonato amónico.

DETERMINACION DE NITROGENO

El método para la determinación de nitrógeno puede dividirse en tres partes:

1. oxidación húmeda de la materia orgánica.
2. liberación del amoníaco con hidróxido sódico.
3. titulación del ácido que no ha sido neutralizado por el amoniaco liberado.

El método descrito en el texto se utiliza para macrocantidades. La semimicrodeterminación del contenido en nitrógeno total puede realizarse haciendo uso del aparato de Parnus y Wagner. Para las últimas determinaciones son suficientes cantidades de 0,1 g de muestra, 1 ml de ácido sulfúrico concentrado, 150 mg de sulfato potásico mezclados con 5 mg de selenio y 15 ml de hidróxido sódico al 30 por ciento. La principal objeción que puede hacerse a las semimicrodeterminaciones de nitrógeno es que existe el riesgo constante de que las trazas de amoníaco existentes en la atmósfera afecten a la validez de los resultados. A diferencia de lo que ocurre en los ensayos biológicos, el analista de los alimentos normalmente no tiene limitación del tamaño de la muestra.

Las sales de selenio y de mercurio pueden utilizarse como catalizadores en las macrodeterminaciones de nitrógeno, y existen pruebas que indican que ambas sales son superiores al sulfato de cobre.

La formación de espuma durante el tratamiento con la solución concentrada de hidróxido sódico es un problema, en especial cuando la muestra posee un elevado contenido graso. Una cantidad vestigial

de silicona líquida anti-espuma reduce dicho riesgo. También es útil añadir perlas de vidrio para que la velocidad de ebullición sea uniforme. Se dice que la adición de una pequeña cantidad de polvo de cinc favorece la evolución del amoníaco.

DETERMINACIONES DE GRASA

Normalmente la grasa de los alimentos puede extraerse mediante tratamiento con solventes en el aparato de Soxhlet. La duración del tiempo de extracción depende del tipo de producto alimenticio que se analice. Para la mayoría de los alimentos son suficientes por lo general cuatro horas. Los productos que previamente han sido mezclados con arena deben ser desintegrados con mano y mortero antes de colocarlos en el cartucho de extracción. El cartucho de extracción siempre deberá cerrarse con una torunda de algodón exento de grasa antes de iniciar la extracción.

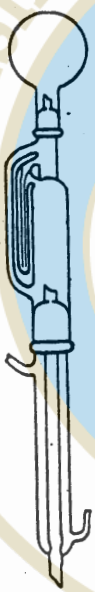


Fig. 13. Unidad de extracción de Soxhlet para determinación de grasa.

Los productos ricos en proteína pueden dar valores bajos cuando se sometan al procedimiento de extracción de Soxhlet. Dichos productos alimenticios deben someterse al método de Werner-Schmid o al método de Rose Gottlieb. En el método de Werner-Schmid la muestra es tratada con una solución de ácido fuerte para liberar la grasa. El método de Rose Gottlieb hace uso del alcohol y del amoníaco para precipitar y disolver, respectivamente, la proteína. El método de Rose Gottlieb es recomendable para productos de alto contenido en azúcar.

Entre las nuevas técnicas científicas, la cromatografía, en todas sus formas, ha sido una de las más rápidamente aceptadas. De ella se hace bastante uso en diversos métodos de la sección analítica de este libro. En dicha sección se incluyen la cromatografía en papel, en capa fina, en columna y la cromatografía de gases. Seguidamente se hace referencia a cada una de ellas.

CROMATOGRAFIA EN PAPEL

Se realiza mediante la técnica ascendente o descendente.

El equipo básico para la *cromatografía descendente* consiste en una gran cámara cromatográfica de vidrio con tapadera hermética también de vidrio. El depósito del sistema solvente se halla suspendido cerca del borde superior de la cámara mediante pivotes de sostén que sobresalen de la pared o se halla sobre un caballete de soporte que se apoya en el fondo de la cámara. Para que el cierre sea hermético el borde superior o boca de la cámara tiene que lubricarse ligeramente con grasa de silicona. Una pesa de metal colocada sobre la tapadera contribuye a prestar rigidez al equipo.

Antes del uso es esencial saturar la atmósfera de la cámara con el sistema solvente. Este proceso debe realizarse durante dos o tres horas antes de iniciar el desarrollo del cromatograma. El solvente puede colocarse en el fondo de la cámara o bien en un depósito poco profundo que se mantiene en el fondo de la cámara.

Un buen papel de uso general para este tipo de trabajo es el papel cromatográfico Whatman número 1, que se vende en rollos si bien es igualmente apropiada otra marca de papel de grado equivalente. La longitud de la hoja de papel precisa, según se indica en la Sección de Métodos, se corta limpiamente debiendo cortar seguidamente en dientes de sierra uno de los bordes terminales. Lo último se realiza haciendo cortes en forma de V de aproximadamente 2 cm de longitud a lo largo del borde del papel. Estos cortes dentados permiten que el solvente drene del papel con mayor facilidad.

La muestra o muestras se aplican en el extremo opuesto al de la serie de cortes en V. Las muestras tienen que aplicarse a suficiente distancia del extremo para evitar que queden sumergidas en el depósito del solvente o que coincidan con la doblez del papel. El papel cromatográfico se debilita en la proximidad de la zona en que se depositan las muestras; los papeles que muestren signos de rotura tienen que rechazarse.

Para la *cromatografía ascendente* se dispone de muchos tipos de cámaras algunas de las cuales son particularmente útiles en los laboratorios que usan rutinariamente ésta técnica. Una cámara sumamente simple, que sirve para el trabajo ocasional, puede improvisarse con un vaso de precipitados de forma alta de 2 litros de capacidad, usando como tapadera una lámina gruesa de politeno que se sujeta con una fuerte banda de goma. Como se indicó al hacer referencia a la cromatografía descendente, la atmósfera de la cámara debe saturarse totalmente con el solvente elegido antes de empezar a desarrollar el cromatograma.

El tamaño de papel más recomendable para la cromatografía ascendente es el de 20 x 20 cm. Una vez aplicadas las muestras, el papel debe curvarse hasta formar un cilindro. Los dos lados del papel se cosen entonces en dos o tres puntos para que conserve la forma cilíndrica. A continuación el cromatograma puede desarrollarse en las condiciones ya citadas anteriormente.

El método de aplicar las muestras a los papeles para cromatografía ascendente y descendente es el mismo. Sobre el papel, en sentido transversal, y a una distancia superior a la altura que posea el reservorio del solvente, se dibuja una débil línea horizontal. Seguidamente se marcan, sobre la línea horizontal, finas cruces separadas por una distancia de 2,5 a 3 cm. Estas cruces indican el lugar en que deben depositarse las muestras. Al aplicar las muestras hay que procurar no dañar la superficie del papel. Antes de depositar las muestras se hacen las anotaciones precisas bajo las cruces para identificar el tipo de solución aplicada. Como mínimo es preciso dejar un márgen de 2,5 cm entre las muestras de los extremos y los bordes del papel. La solución problema se aplica mediante una geringuilla o bien cuando no se trata de cromatografía cuantitativa pueden usarse simples tubos capilares o pipetas que se cargan hasta el mismo nivel. Si sobre el papel se ponen diferentes concentraciones de la solución problema se producen diferencias en la distancia de migración y en el perfil de las manchas y pueden sacarse conclusiones erróneas en lo que respecta a la concentración aproximada de un componente particular. Cuando se cambia de una solución problema a otra es esencial limpiar perfectamente el aplicador usado previamente. Las soluciones preparadas con solventes orgánicos normalmente se secan espontáneamente al aire pero si las sustancias se aplican en solución acuosa es preciso acelerar la desecación. Un secador de cabello es suficiente para secar las manchas de agua en unos segundos.

Durante el desarrollo de los cromatogramas es aconsejable que las cámaras se hallen situadas lejos de focos de calor y de corrientes de aire. En muchos laboratorios el mejor lugar para situar las cámaras es un armario que no se use con frecuencia.

Después del desarrollo, los cromatogramas se secan normalmente al aire aunque la velocidad de desecación puede acelerarse mante-

niéndolos en una campana de gases. Las manchas desarrolladas pueden detectarse por pulverización o inmersión. En el caso de que el revelado se haga por pulverización hay que asegurarse de que el atomizador del pulverizador se halla limpio. Si el atomizador produce gotas gruesas no puede usarse. El revelado por inmersión puede efectuarse en un depósito como los que se usan para colocar el solvente en cromatografía descendente. El papel se debe pasar por el baño revelador y seguidamente hay que dejarlo drenar antes de someterlo a ningún otro tratamiento.

El valor Rf de una mancha determinada se calcula de la forma siguiente:

$$R_f = \frac{\text{distancia recorrida por la sustancia "problema"}}{\text{distancia recorrida por el frente del solvente}}$$

CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA

La cromatografía en capa fina es muy fácil de realizar, pero se necesita equipo especial para la preparación de las placas. Este inconveniente puede salvarse adquiriendo placas preparadas, aunque tal proceder aumenta considerablemente el coste de la determinación.

La elección del agente de adsorción es particularmente importante debido a que los productos de calidad inferior determinan variaciones inexplicables en la posición de las manchas. El material usado en la Sección de Métodos de este libro es silica gel G preparada específicamente para cromatografía en capa fina. Para usarlo se toma 40 gramos de sílica gel y se hace una papilla con 60 ml de agua destilada. La papilla se transfiere al depósito del aparato extensor antes de que transcurran dos minutos. Seguidamente el depósito extensor se desliza a lo largo de las placas de vidrio rápida y suavemente. Una vez revestidas las placas, el depósito extensor se retira y se lava para quitar los restos de papilla sobrante. Las placas revestidas se dejan secar al aire. Las dimensiones de las placas que se usan con más frecuencia son: 5 x 20 cm, 10 x 20 cm y 20 x 20 cm, dependiendo la anchura de la placa del número de determinaciones que vayan a realizarse simultáneamente. Las guías del depósito extensor que regulan el espesor de capa deben variarse de acuerdo con las exigencias del método. Los espesores de capa usados con más frecuencia son 250 nm y 300 nm. Es esencial comprobar previamente con un calibrador el grosor de las guías antes de iniciar el proceso de revestimiento de placas.

Es probable que después que las placas se han secado al aire se requiera someterlas a algún proceso de activación. Cuando se revisten de sílica gel G, las placas suelen ser activadas a 130° C durante 30 minutos.

Para aplicar adecuadamente las muestras sobre las placas se aconseja adquirir o construir una plantilla. Esta plantilla debe colocarse sobre las placas revestidas de forma que quede un espacio de 5 a 10 mm, y a unos 5 cm del borde inferior deberá grabarse una línea y perforar en ella agujeros de 1 cm a intervalos de 2,5 cm. Los agujeros sirven de guía para aplicar las muestras al apoyar sobre ellos la pipeta. Si la pipeta toca la capa esta aplicación particular tendrá un recorrido deficiente. Es necesario que el volumen de líquido añadido, en cada aplicación, sea el mínimo. El área ocupada por la mancha debe ser pequeña y para ello hay que evitar que el líquido difunda, para lo cual se deja secar cada adición de solución problema antes de hacer una nueva aplicación. Sobre la guía de perspex deberá grabarse también líneas rectas a 10, 11 y 12 cm de distancia del borde superior de la guía. Estas líneas se utilizan para medir distancias por encima de la línea de aplicación. Sobre la capa fina se traza una gruesa línea transversal a la distancia elegida. Esta línea, en la que la placa de vidrio se halla desprovista de sílica gel evita que el frente del solvente migre más de lo deseado e indica que el proceso de desarrollo ha terminado. En este momento la placa se saca de la cámara.

El solvente se deja evaporar al aire. Seguidamente se revela pulverizando las placas por cualquiera de los métodos usuales. El pulverizador no debe acercarse excesivamente a la placa para impedir que dañe la capa. Los reveladores corrosivos, tales como el ácido sulfúrico al 10 por ciento, pueden usarse para evidenciar todas las manchas de la placa. El revelado se realiza suspendiendo la placa sobre una placa caliente. Normalmente no es necesario usar este tipo de revelador ya que la mayoría de los reveladores usados en cromatografía en papel son igualmente aceptables en cromatografía en capa fina. Las principales ventajas son la mejor resolución, la extrema rapidez (generalmente 30 ó 60 minutos) y la muy pequeña cantidad de solución problema requerida.

CROMATOGRAFIA EN COLUMNA

Las columnas cromatográficas tienen que prepararse cuidadosamente ya que los errores cometidos en esta fase no se advierten hasta se halla muy avanzado el proceso de análisis. La constricción de la columna tiene que rellenarse con un copo de algodón o de lana de vidrio. El último material puede irritar la piel y hay que manejarlo con cuidado. El material adsorbente se mezcla con el solvente y se hace una papilla que se agita debidamente para desintegrar todos los grumos que se formen. A continuación la papilla se vierte lentamente al interior de la columna para evitar que queden atrapadas burbujas de aire; si se observasen burbujas la columna deberá golpearse suavemente con una varilla revestida de goma. Una vez preparada la columna, hay que evitar que se seque la parte superior del material de relleno.

Para ello es aconsejable dejar una capa de líquido de unos 2 cm de altura sobre el material de relleno. Para evitar que la columna se altere al añadir solvente conviene colocar sobre la superficie superior del material de relleno un círculo de papel de filtro que tenga las dimensiones de la sección interior de la columna.

La solución problema debe añadirse a la columna mediante una pipeta de vertido lento. Esta solución tiene que penetrar en el material de relleno de la columna antes de hacer adiciones de solvente. La superficie interior de las paredes de la columna tiene que lavarse con una cantidad mínima de solvente, que también ha de penetrar en el material de relleno antes de comenzar la elución.

La calidad del material utilizado para preparar la columna ha de ser especial para fines cromatográficos. Esta técnica requiere que los productos químicos utilizados sean de alta pureza y de tamaño de partícula apropiado.

CROMATOGRAFIA DE GASES

Tanto para identificación como para cuantificación los métodos de cromatografía gaseosa han sido ampliamente utilizados en el análisis de alimentos. Su principal ventaja sobre otros métodos radica en el pequeño tamaño de la muestra aplicada, que puede oscilar desde 10 μg a 500 μg.

El procedimiento es relavitamente simple. Mediante una jeringa micrométrica se introduce una pequeña cantidad de muestra a través de un diafragma de goma que cierra herméticamente la columna. Al introducir la muestra, el detector registra el cambio de presión que tiene lugar y es lo que sirve de línea base para comparar los picos impresos. Cuando se trata de productos sólidos se realiza la inyección directa de la sustancia problema sobre una placa caliente que produce la vaporización instantánea de la muestra.

El empaquetado de las columnas de cromatografía gaseosa se lleva a cabo con un material inerte que sirve de soporte y el cual se ha tratado previamente con un líquido (fase estacionaria) no volatil en las condiciones de trabajo. El soporte ha de ser estable, con elevada área específica y con un tamaño de partícula uniforme. La columna con la muestra se mantiene a una temperatura elevada y adecuada para la sustancia problema, debiendo existir un márgen de oscilación inferior a $\pm$ 1^{o} C.

El tamaño de la muestra se ha de elegir con cuidado ya que puede influenciar la efectividad de la separación. Si se inyecta un volumen de muestra demasiado grande, durante el avance en la columna tiene lugar un proceso intramolecular que origina un registro con picos asimétricos y variación en los tiempos de retención.

La muestra inyectada en el comienzo de la columna, al contactar con el material de relleno caliente, se evapora instantáneamente y es

arrastrada a lo largo de la columna mediante un gas inerte a presión controlada. A medida que avanza la muestra por la conlumna se establecen nuevas relaciones de equilibrio entre el líquido, el soporte y el gas portador. La sustancia problema queda retenida bien dentro de la estructura abierta de las partículas del soporte o disuelta en el líquido no volatil (fase estacionaria). Cuando la concentración de la solución es muy baja se minimiza la posible influencia que unas moléculas pueden tener sobre otras. Los componentes presentes en la muestra progresan en la columna a diferente velocidad dependiendo de su solubilidad y volatilidad y de la presión del gas portador. La presión del gas portador debe elegirse con cuidado debido a que existe una velocidad de flujo óptima para cada componente, que precisa determinarse experimentalmente cuando se trata de sustancias desconocidas. En determinaciones analíticas de caracter general, las velocidades de flujo más apropiadas oscilan desde 20 a 40 ml min^{-1}.

Suponiendo que el operador fija correctamente las condiciones de trabajo, los diferentes componentes presentes en la muestra aparecen en diferentes tiempos por el extremo de salida de la columna. El tiempo transcurrido entre la inyección de la muestra problema y la altura máxima del pico, observada en el registro, se denomina *Tiempo de Retención* para un componente. Si dicho tiempo de retención se multiplica por el volumen del gas portador utilizado resulta el denominado *Volumen de Retención.* Este volumen de retención no puede compararse entre diferentes cromatógrafos sin una corrección previa. Si se efectúan comparaciones entre diferentes equipos el volumen de retención se conoce como *Volumen de Retención Específico* y se expresa en volumen/gramo de fase estacionaria. El *Volumen de Retención Relativo* es una simple comparación que se obtiene corrigiendo el tiempo de retención de un componente, por sustracción del tiempo de retención del pico del aire, y el resultado obtenido se divide por el tiempo de retención de un patrón adecuado que ha sido igualmente corregido. Debido al cambio en la presión parcial del gas portador el volumen de retención disminuye al aumentar la temperatura de la columna; por esta causa es conveniente ajustar las condiciones para que la relación de la presión de entrada y la de salida sea lo más próxima a la unidad.

Para registrar la elución de los diferentes componentes se pueden utilizar diversos sistemas de detección. El Detector de Cámara de Ionización de Argón se basa en el hecho de que cuando el gas argón se somete a una fuente radiactiva el gas se ioniza y se produce un estado altamente excitado. Cuando unicamente el gas está presente se produce un flujo uniforme de corriente. Sin embargo cuando se eluyen otros componentes y entran en colisión con el argón, que es metaestable, se produce un aumento de corriente que se puede medir ya que se origina una transferencia de ionización. Variando el potencial aplicado se puede obtener un amplio márgen de sensibilidad. Otro co-

nocido detector se basa en el uso de la célula de conductividad térmica (Katarómetro) en el que la mezcla eluida de la columna y el gas portador puro se pasan a través de tubos separados. Un puente de Wheatstone, formado por hilos conductores de platino, se aloja en el interior de cada tubo originándose una corriente que se equilibra. La presencia de una zona de componente determina un cambio en la conductividad térmica que se traduce en una variación de la temperatura y un flujo de corriente detectable. Este tipo de detector es menos sensible a temperaturas elevadas y cuando se cambia la temperatura de la prueba necesita mucho tiempo para equilibrarse. La presencia de agua en la muestra hace descender la sensibilidad de este detector.

En el Sistema de Ionización de Llama, que no es sensible a la humedad, el gas portador se mezcla con hidrógeno y se quema en una boquilla que actúa como electrodo. Un segundo electrodo se encuentra suspendido encima del mechero y los cambios originados por la elución de los diferentes componentes se detectan por las variaciones en la resistencia eléctrica de la llama. A los electrodos se aplica un potencial y el flujo de corriente que se origina va a un amplificador y a un registrador.

Los errores en el análisis por cromatografía gaseosa pueden deberse a una lenta subida de la temperatura de trabajo en el comienzo de la columna, a una columna excesivamente corta y a una falta de sensibilidad en el ajuste del detector. Los compuestos no-polares, tales como los hidrocarburos saturados, tienden a eluirse en el mismo orden al del aumento de sus puntos de ebullición, mientras que los materiales polares se eluyen en un orden aproximado al del aumento de su peso molecular. Esta variación en la conducta entre los componentes polares y no-polares se cree que se debe a la presencia de enlaces de hidrógeno en los primeros y, en menor grado, a su asociación dipolar. También los enlaces de hidrógeno de los compuestos polares parecen ser la causa de que algunos componentes queden retenidos en el material de relleno de la columna. Cuando una muestra se eluye demasiado rápidamente puede deberse, bien a la utilización de una temperatura demasiado elevada en la columna o bien a una escasa solubilidad de sus componentes en la fase estacionaria. Normalmente la efectividad de la separación aumenta al elevar la temperatura de la columna ya que los tiempos de retención permanecen relativamente constantes. Para la identificación de los picos desconocidos se hacen pasar muestras puras del componente sospechado, bien individualnente o mezcladass con la sustancia problema. Cuando se obtengan idénticos tiempos de retención, incluso después de cambiar la fase estacionaria, puede asegurarse que se trata del mismo componente. Sin embargo, mediante espectrofotometría IR se puede obtener información adicional.

Los compuestos de elevado punto de ebullición, particularmente

los responsables del aroma, se eluyen sólo lentamente e incluso pueden descomponerse o sufrir cambios químicos. Los picos no siempre se corresponden a un aroma y por ello es buena práctica anotar sobre el registro la opinión del operador sobre el aroma percibidor sensorialmente para facilitar las comparaciones cualitativas. El gas del espacio de cabeza del envase en los alimentos enlatados puede analizarse por cromatografía en fase gaseosa utilizando una jeringa hipodérmica hermética.

Gran número de materiales de relleno, con diferentes polaridades, pueden utilizarse en el empaquetado de columnas. Puede obtenerse un alto grado de separación escogiendo una fase estacionaria que tenga propiedades polares similares al del componente problema. Normalmente cuanto menor sea el tamaño de particula del material de relleno tanto mayor será la resolución. Sin embargo, el uso de un tamaño de particula muy pequeño requiere utilizar elevados gradientes de presión del gas, lo que origina una separación deficiente. Por este motivo es necesario buscar un compromiso entre el tamaño de partícula y la resolución de la muestra. Un material de relleno medio debe tener un tamaño uniforme si no se quiere limitar su eficacia. Reduciendo la proporción de fase estacionaria a material de relleno se mejora la separación con tal que la cantidad de muestra también se reduzca, si bien no debe aproximarse al límite inferior del tamaño de muestra para la buena eficacia del detector. Existen columnas ya preparadas que aunque son caras aseguran la productibilidad de los análisis. Si no se usan columnas preparadas la fase líquida se disuelve en un solvente volatil adecuado, tal como cloroformo, y se pasa por una columna normalmente de 130 cm de largo x 5 cm de ancho, que previamente ha sido densamente empaquetada con el soporte. Para cerrar el extremo de la columna puede usarse un tapón de lana de vidrio o un metal poroso. Los materiales de relleno usados normalmente tienen diferentes tamaños sílica gel, tierra de diatomeas, cloruro sódico y "celita" de 50, 70 a 90 ± 10 mallas. Los materiales de la fase líquida estacionaria incluyen parafina, diferentes compuestos de poliester, silicona y poliglicoles que se usan en cantidades desde el 10 al 30 por ciento del peso final de la columna preparada. Las columnas deben acondicionarse (activarse) a temperaturas más altas a las que se vayan a utilizar.

Para determinaciones cuantitativas, el equipo debe calibrarse utilizando concentraciones conocidas de material puro. De esta forma la cantidad de un componente presente en la muestra es proporcional al área de los picos trazados por el registrador, ya que la respuesta del detector es lineal. La rapidez del cálculo puede aumentarse acoplando a los registradores integradores electromagnéticos. Un procedimiento simple de cálculo consiste en imaginar que los picos asimétricos son triangulares, para ello se dibuja una línea base y se traza una línea vertical desde el punto más alto del pico hasta la base. Entonces

el área se calcula multiplicando la mitad de la medida de la base por la altura. Alternativamente cada pico puede recortarse del papel registrador y pesarse. La proporción relativa de cada pico al peso total de todos los picos obtenidos da una medida de la concentración.

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
POTENTIOR EST
OMNIUM SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

REFRACTOMETRIA

El índice de refracción de una muestra es un valor que relaciona el ángulo de incidencia de un rayo luminoso sobre una muestra con el ángulo de refracción. Mide el cambio de dirección que se produce cuando un rayo de luz pasa a través de la sustancia problema. Por ejemplo el índice de refracción del agua a 20° C es 1,3330. La presencia en el agua de compuestos sólidos disueltos determina un cambio en el índice de regracción del solvente. Es posible, por tanto, determinar la cantidad de soluto disuelto midiendo el índice de refracción de la solución acuosa que se investiga. Esta propiedad es útil para determinar la concentración de los sólidos solubles presentes en las soluciones de azúcar y con este fin se han incluido las tablas que figuran en el método S6. Además la medida del índice de refracción constituye un medio valioso para comprobar la calidad de aceites, grasas y aceites esenciales.

El instrumento de medida más útil es el refractómetro de Abbé. Este refractómetro consta de un par de prismas con tubos amplificadores dobles cuya misión es respectivamente facilitar el montaje del instrumento y leer la escala del índice de refracción. Sobre el prisma inferior se extiende una fina capa de muestra y, después de cerrar, se hace pasar la luz a través de ella mediante un espejo debidamente orientado. La luz reflejada aparece formando un campo oscuro. Antes de hacer la lectura es preciso ajustar el instrumento con el

Tabla XXIII

Variación con la temperatura del índice de refracción del agua destilada

Temperatura °C	*Indice de refracción*
15	1,3334
16	1,3333
17	1,3332
18	1,3332
19	1,3331
20	1,3330
21	1,3329
22	1,3328
23	1,3327
24	1,3326
25	1,3325

compensador de luz. Esta operación reduce al mínimo la banda con los colores del arco iris que aparece sobre la línea oscura divisoria y aumenta por tanto la capacidad para hacer un ajuste más fino al poner a punto el instrumento. Seguidamente se mueven los tubos telescópicos hasta que la sombra negra coincida con la intersección del filamento indicador.

El instrumento se debe probar antes de usarlo para asegurarse de que las lecturas son válidas. Esta comprobación puede hacerse con agua destilada o con líquidos orgánicos de índice de refracción conocido. El índice de refracción depende de la temperatura. Las variaciones que experimenta el índice de refracción del agua destilada a diversas temperaturas se muestran en la Tabla XXIII.

Esta Tabla debe consultarse para ajustar el refractómetro de Abbé. La variación en la concentración de la sacarosa con los cambios de temperatura se muestran en otra tabla posterior. Siempre que sea posible hay que hacer circular a través de los prismas agua a la temperatura apropiada. Esta operación es esencial para determinar el índice de refracción de aceites y grasas que tienen que ser examinados a 40° C. El tornillo de corrección del refractómetro se usa cuando es preciso reajustar el instrumento por evidenciarse discrepancias entre las lecturas y el índice de refracción real. Generalmente estas discrepancias son imputables a variaciones de la apreciación visual de diferentes analistas, quienes además, pueden ajustar el instrumento a puntos ligeramente diferentes sobre la intersección del filamento.

La fuente luminosa es importante y si bien puede utilizarse la luz natural, los resultados que se obtienen con la iluminación artificial son mejores. Como fuente luminosa puede utilizarse una lámpara de 25 ó 40 watios situada a 45 ó 60 cm del refractómetro. La lámpara tiene que estar parcialmente protegida por una pantalla para evitar que dañe la vista del operador.

El refractómetro de Abbé puede utilizar también luz reflejada. Esta permite examinar muestras de jarabes con cristales. Por otra parte, los productos cuya textura impiden obtener secciones finas pueden examinarse con luz reflejada. Las secciones se colocan contra el prisma superior y las lecturas se hacen de la forma normal. La lámpara de iluminación interna puede alimentarse con baterías o bien con la energía eléctrica de la red utilizando en este último caso un transformador.

Las lecturas refractométricas deben hacerse siempre por duplicado o triplicado y la prueba tiene que repetirse con nuevas porciones de la muestra. Pequeñas trazas de agua afectan notablemente a las lecturas del índice de refracción.

Los prismas tienen que limpiarse con agua tibia y secarse con papel de filtro antes de usar el aparato. Para limpiar los prismas no deben usarse paños bastos ya que se rayan fácilmente; la muselina y el al-

godón son apropiados para la limpieza. Las grasas y aceites pueden eliminarse de los prismas usando primero tolueno y después acetona y agua caliente.

POLARIMETRIA

En circunstancias normales las ondas luminosas se mueven en todas las direcciones. Si la luz atraviesa un cristal de Nicol se aislan determinados rayos de luz. Cuando ciertos tipos de soluciones se interponen entre dos cristales de Nicol, el rayo de luz sufre una rotación hacia la derecha o hacia la izquierda. Cada uno de los materiales opticamente activos determina un grado de rotación específico.

Los polarímetros ópticos estan convenientemente diseñados para permitir que la luz polarizada pase a través de muestras de solución problema. Si los prismas del polarímetro se hacen girar lentamente es posible determinar el punto de mínima transmisión lumínica. La rotación óptica se lee cuando al mirar por el telescopio del polarímetro se observa la máxima oscuridad. Este punto es dificil de precisar y por esta razón conviene colocar el polarímetro en una habitación oscura o bien cubrir con un paño oscuro el tubo del polarímetro y la cabeza del observador. La fuente luminosa para las determinaciones polarimétricas puede ser una lámpara de sodio que ha de encenderse por lo menos diez minutos antes del comienzo de la prueba para evitar fluctuaciones en la intensidad que ocurren durante el período de calentamiento de la lámpara. En polarimetría también se utilizan algunas veces lámparas de mercurio pero el rendimiento experimental que se obtienen con ellas no se conoce tan bien como el de las lámparas de sodio.

Los tubos polarimétricos tienen que tratarse con cuidado. Existen tubos de 10, 20 y 40 cm de longitud, siendo el de 20 cm de longitud el más recomendable para la mayoría de las sustancias opticamente activas a niveles de concentración razonables. Si la concentración es baja conviene utilizar tubos de 40 cm pero su manipulación es difícil. Las soluciones coloreadas exigen el empleo del tubo de 10 cm. La exactitud de las medidas polarimétricas resulta bastante afectada por la transparencia de las soluciones problema. Los tubos polarimétricos suelen tener una corta sección ensanchada en forma de bulbo. Es difícil llenar de solución el tubo sin atrapar una pequeña cantidad de aire y, por tanto, si los tubos no tuviesen dicha porción ensanchada, la burbuja de aire dificultaría el análisis. En los tubos modificados, las burbujas de aire se sacuden dentro de la porción ensanchada especialmente ideada para este fin. Las lentes terminales de los tubos polarimétricos tienen que tratarse con especial cuidado puesto que se hallan opticamente talladas y su sustitución en sumamente cara. Es esencial no dejar huellas dactilares sobre las lentes.

Los tubos polarimétricos se lavan con agua fría y seguidamente con acetona y éter. Si es preciso secarlos, la operación debe hacerse con un paño de muselina.

$$\text{Rotación específica} = \frac{1000 \times \text{rotación observada}}{\text{longitud del tubo en cm} \times \text{porcentaje de concentración}}$$

Al comenzar la prueba el polarímetro tiene que ajustarse a cero frente a agua destilada. La corrección obtenida en la prueba de ajuste debe restarse, o sumarse, a la rotación observada con la muestra. Es esencial anotar si la luz ha sufrido una rotación positiva o negativa y ésta ha de ser tenida muy en cuenta al añadir o sustraer las correcciones de la rotación positiva o negativa.

La exactitud de la rotación óptica leída depende de la temperatura externa. Las determinaciones de la rotación óptica hay que hacerlas a una temperatura lo más próxima posible a 20° C.

Para este trabajo pueden adquirirse tubos polarimétricos con camisa. En la Tabla XXIV se muestra la rotación óptica de diversos azúcares a diferentes concentraciones.

Tabla XXIV

Rotación específica de soluciones de carbohidratos "100 por ciento" para la luz amarilla de sodio

Concentración verdadera en g/100 ml (en agua destilada)	*Sacarosa*	*Dextrosa*	*Fructosa*	*Maltosa*	*Lactosa*	*Azúcar invertido*
5	+66.500	+52.607	−89.42	+138.38	+52.53	−19.837
10	+66.527	+52.740	−90.72	+138.29	+52.53	−20.018
15	+66.541	+52.898	−92.01	+138.20	+52.53	−20.198
20	+66.540	+53.083	−93.30	+138.11	+52.53	−20.451

ABSORCIOMETRIA

Análisis colorimétrico

Cuando a través de un líquido se hace pasar un haz de luz blanca parte de la radiación es absorbida por la muestra. La luz transmitida puede colorearse si algún componente presente en la muestra puede absorber a distintos niveles diferentes longitudes de onda de la luz. El color de la solución será el complementario del absorbido; así, si

se absorbe el anaranjado, el color observado es el azul-verdoso. Un efecto similar tiene lugar cuando la luz se refleja sobre una superficie. La longitud de onda transmitida es característica de la sustancia problema y la medida de la absorción puede relacionarse con la concentración, con tal que la prueba se realice en las mismas condiciones.

Gran número de los procedimientos citados en la Sección de Métodos se basan en la absorción de luz a una determinada longitud de onda. El color a medir puede deberse bien a la presencia de un pigmento añadido o bien a la formación de un producto coloreado por reacción química. A partir de la intensidad del color obtenido, al reaccionar la muestra con los reactivos añadidos, se determina la concentración de la sustancia problema y a éste tipo de análisis se le conoce como análisis colorimétrico. Las mediciones se realizan en absorciómetros especialmente diseñados para comparar la intensidad de luz transmitida por la solución problema frente a la de un blanco (solvente puro o solvente puro y reactivos sin la muestra). Durante el paso del haz de luz a través de la solución ciertas longitudes de onda resultan absorbidas, mientras que otras son transmitidas y son las que originan su coloración. La relación entre el color transmitido y el absorbido se indican en la Tabla XXV.

El diseño del equipo existente en el mercado es muy variado aunque su funcionamiento es básicamente similar. La principal diferencia estriba en que unos aparatos se hallan provistos de dos células fotoeléctricas y otros de una sola. Se admite que los instrumentos que poseen dos células están mejor compensados frente a los cambios de temperatura y al agotamiento de las células. El "Hilger Spekker Absorptiometer" que se menciona en el texto es un instrumento de dos células. Otras marcas de aparatos de dos o una célula son igualmente apropiados para los métodos que se indican en la sección analítica de este libro.

Tabla XXV

Color absorbido o transmitido

Transmitido	*Absorbido*	*Longitud de onda absorbida (nm)*
verde azulado	rojo	650-700
azul verdoso	anaranjado	600-650
azul	amarillo	570-600
púrpura	verde	490-570
rojo	azul verdoso	475-490
amarillo	azul	440-475
verde amarillento	violeta	400-440

El medio más simple de seleccionar una determinada longitud de onda es usar un filtro. Normalmente en su fabricación se procura que el nivel de transmitancia sea máximo y el rango de longitud de onda transmitida sea estrecho (normalmente de 40 a 50 nm).

Los filtros se fabrican en vidrio coloreado y en lámina de gelatina impregnada de colorante. Los primeros son los más útiles para el uso diario por su mayor resistencia a la rotura. Filtros apropiados los fabrican "Ilford Chance and Corning". Para evitar confusión, sólo se citan en la sección de métodos los números de los filtros "Ilford". Para facilitar al lector el uso alternativo de filtros de otras marcas, en la Tabla XXVI aparecen tabuladas las transmisiones máximas aproximadas de los filtros "Ilford".

El márgen de longitudes de onda de los filtros "Ilford" es muy estrecho y cubren la mayor parte del espectro necesitado.

Si se desea determinar cuál es el filtro más adecuado para un método analítico nuevo se necesita probar sucesivamente cada uno de los filtros. El filtro más adecuado será aquel que tenga la máxima transmisión para una concentración dada o para una intensidad de color. Las indicaciones dadas en la Tabla XXVII son útiles para hacer la posible elección de un filtro.

Tabla XXVI

Filtros espectrales Ilford

Núm.	*Nombre del color*	*Transmisión máxima (aprox.) nm*
601	espectro violeta	430
602	espectro azul	470
603	espectro azul-verdoso	490
604	espectro verde	515
605	espectro amarillo-verdoso	545
606	espectro amarillo	570
607	espectro anaranjado	600
608	espectro rojo	680

Tabla XXVII

Elección del color del filtro para medir una solución de un color determinado

Color de la solución	*Color del filtro*
Púrpura	Verde
Anaranjado-rojiza	Azul-azul-verdoso
Amarilla	Azul
Violeta-rojiza	Púrpura
Azul	Rojo

Los filtros hechos con fluoruro de magnesio mantenido entre películas de plata, tienen un márgen más estrecho de transmisión de la luz (del orden de 10 a 15 nm) y aunque son caros resultan muy eficaces.

Equipos más complejos tales como los espectrofotómetros llevan prismas incorporados para garantizar una selección más precisa de la longitud de onda. El prisma de vidrio se utiliza para el márgen del visible (por encima de 600 nm) y el de cuarzo o de sílica fundida para longitudes de onda más bajas en el márgen de ultravioleta. Las rejillas de difracción, que consisten en un espejo o placa con numerosas estrias rayadas paralelamente, son incluso más eficaces para aislar diferentes longitudes de onda y pueden dar una resolución tan baja como 0,01 nm. A la capacidad para separar dos longitudes de onda de similar intensidad y que se encuentran muy juntas se denomina poder de resolución de un instrumento determinado.

Para operar el "Spekker Absorptiometer", el instrumento se ajusta a cero con la solución problema. A continuación el absorciómetro se reajusta a cero con el solvente. La medida del último ajuste constituye una medida de la absorción de luz que tiene lugar en presencia de la solución problema coloreada. El uso de los filtros apropiados aumenta la sensibilidad de todos los instrumentos a la absorción de luz.

Existen cubetas de vidrio de 0,25, 0,5, 1, 2 y 4 cm de espesor. La usada más corrientemente es la de 1 cm de camino óptico, que tiene una capacidad que oscila entre 7,5 y 8,5 ml de solución. La capacidad de las restantes cubetas se halla en proporción con la de 1 cm. Las cubetas tienen que manipularse cuidadosamente y deben lavarse inmediatamente después de usarlas. El lavado se realiza con agua destilada o bien con el solvente utilizado para preparar la solución problema. Seguidamente deben lavarse con acetona y finalmente con éter. Las huellas dactilares sobre las cubetas afectan a la exactitud de las lecturas obtenidas con el instrumento.

Al objeto de determinar una longitud de onda a la que una sustancia problema tiene la máxima absorbancia o por el contrario la mínima transmitancia, debe representarse gráficamente el porcentaje de transmitancia (T), o la densidad óptica, obtenida en un determinado márgen de longitudes de onda. La presencia de otras sustancias puede afectar los resultados obtenidos, y en este caso, al objeto de minimizar las interferencias, el punto escogido no tiene que ser necesariamente el de máxima absorbancia. Siempre que la concentración de la sustancia problema no sea muy alta, se puede obtener una medida segura de la concentración de la sustancia problema refiriendo la densidad óptica obtenida a una curva patrón. La curva de calibración se obtiene por medida de las transmitancias de cantidades conocidas de la sustancia problema en cuestión. Esta curva de calibración debe obtenerse dentro del márgen de concentración más amplio posible que cumpla la Ley de Beer-Lambert.

Existe otro tipo de absorciómetro que compara la corriente producida cuando haces sucesivos de luz incidente y transmitida pasan a través de la solución problema. Los filtros coloreados para la luz incidente deben elegirse con sumo cuidado para que permitan una elección de la longitud de onda adecuada de absorción para la muestra problema. El procedimiento es simple la cubeta con el blanco se coloca en el absorciómetro y con los controles se ajusta al 100 por ciento de transmitancia, T. A continuación se sustituye el blanco por la solución problema y se lee el porcentaje de transmitancia o la absorbacia (densidad óptica).

La mayoría de los resultados pueden representarse graficamente relacionando la luz incidente y transmitida frente a la absorción obtenida con un espesor del líquido en la cubeta, *l*,y una concentración conocida de sustancia, *c*. La gráfica obtenida para una sustancia dada muestra una serie de picos y aquel en que la absorción de la radiación es mayor se denomina máximo. Este punto depende de las características estructurales de la molécula de la sustancia problema. En cualquier caso las determinaciones analíticas pueden realizarse comparando la intensidad de absorción de la sustancia problema, en el punto de máxima absorción o bien cerca de él, con los obtenidos utilizando concentraciones conocidas de dicha sustancia pura. Normalmente la sustancia problema, de peso aproximado de 0,1 a 100 mg, se disuelve en un líquido no absorbente de luz tal como alcohol o cloroformo, se trata con los reactivos pertinentes y se transfiere a una cubeta de absorción de cuarzo o vidrio. La reacción coloreada sólo puede tener lugar en medio acuoso y el pigmento tiene que extraerse con un solvente orgánico. Otra cubeta de similares características debe prepararse conteniendo el solvente puro o el solvente y el reactivo utilizado. El equipo consta de una o varias células fotoeléctricas conectadas al fotómetro o potenciómetro, que mide la absorción de la sustancia problema en "extinción" o "densidad óptica". Esta medida cumple la Ley de Beer-Lambert siempre que la solución problema contenga solo una sustancia capaz de absorber luz a una determinada longitud de onda y que la luz no sea difractada por particulas en dispersión ni exista emisión de fluorescencia.

Con la luz transmitida en tubos Nessler pueden hacerse comparaciones visuales del color obtenido. Para ello se colocan tubos con cantidades precisas de muestra problema y concentraciones conocidas del compuesto puro y todos los tubos se tratan con los reactivos pertinentes. La concentración la da el tubo cuyo color se asemeja más al de la sustancia problema. Sin embargo este procedimiento está sujeto a la fatiga ocular y al daltonismo. Existen también colorímetros en los cuales el color desarrollado se empareja con el de discos preparados a diferentes concentraciones conocidas de la sustancia problema.

MEDIDA DEL COLOR

El color depende de la aptitud para distinguir cambios de luz (eficacia), del observador y de las características de la iluminación y reflectancia espectral de la sustancia problema. El color puede considerarse bajo tres aspectos -matiz, brillo y saturación. El matiz o clase de color se relaciona con la longitud de onda de la radiación que produce la estimulación óptica; el brillo es la medida del grado de dilución del matiz con el negro; y la saturación es la pureza del color o bien puede considerarse alternativamente como el grado de dilución con el blanco. Tanto el matiz como la saturación son dificiles de determinar y en consecuencia se utilizan tecnicas instrumentales para medir la reflectancia del azul, verde y ambar o la transmitancia de las sustancias transparentes.

Los valores tristímulus propuestos para X, Y y Z por la "Commission International d'Eclairage" (CIE) han sido adoptados ampliamente. Estos valores aproximan la reflectancia al ambar, luminoso y azul y definen la energía que produce el color visualizado. Los valores se representan en un sistema de coordenadas tridimensional. Si cada uno de los valores se dividen por la suma de los tres los valores resultantes representan coordenadas bidimensionales de cromaticidad.

Uno de los métodos descritos en la sección de procedimientos analíticos se vasa en el uso del "Gardiner Photoelectric Tristimulus Colour Difference Meter". Este aparato es uno de los muchos sistemas utilizables. El medidor consiste de una unidad sensible al color que emplea como fuente una lámpara de tungsteno, la cual, mediante unos espejos, dirige múltiples haces en angulos de 45^{o} hacia la muestra y entonces mide la luz reflejada en los filtros de una célula fotoeléctrica. La corriente (DC) producida puede leerse en una serie de diales. Estas lecturas son medidas numéricas del color en la escala escogida. Existen tres escalas utilizables - los valores tristímulos CIE ya descritos; el sistema R_d en el que el porcentaje de luz reflejada se relaciona con el óxido de magnesio (el valor Y en el sistema CIE) y las coordenadas de cromaticidad relacionadas con el rango entre el rojo o verde (*a*) o azul o amarillo (*b*); y el sistema L, a_e, b_e en el que el brillo se expresa como un exponente de R_d.

La medida del color de una solución problema o de los productos alimenticios puede efectuarse con el "Lovibond Tintometer" o con el "Lovibond-Scholfield Tintometer". El método se basa en la comparación del color haciendo la sombra apropiada mediante tres juegos de vidrios con los colores primarios - rojo, amarillo y azul -. Los vidrios de colores son aditivos de forma tal que el vidrio 2 más el vidrio 3 igualan el color del vidrio 5. Siempre que sea posible conviene usar un vidrio único en lugar de dos vidrios juntos debido a que el mayor grosor de los dos vidrios debilita la intensidad del color. El vidrio 5

de un color particular es equivalente al vidrio 5 de los otros dos colores primarios.

Es esencial que el compartimento interior de comparación se encuentre en buen estado y que se halle pintado de blanco mate. Los cambios de color en dicho compartimento interno pueden producir diferencias en la comparación del color en especial cuando las comparaciones se hacen durante un largo período de tiempo. Los espejos de la cámara se tienen que limpiar con frecuencia.

También hay que mantener limpias las cubetas y las cápsulas que se usan con el aparato. Es importante llenar estos recipientes a la misma altura cuando se examinan una serie de muestras. El color de la muestra varía con la presión que se ejerce al llenar los recipientes. Los materiales coloreados solubles pueden compararse disolviéndolos en un solvente apropiado. Las muestras que no tienen aspecto uniforme pueden examinarse colocándolas en un recipiente de muestra que se mantiene en rotación. De esta forma se puede registrar el valor medio del color de las muestras no uniformes tales como el cacao en grano, la pimienta en grano, etc.

El aparato "Lovibond-Scholfield" se diferencia del "Lovibond Tintometer" en que el color se determina en términos de uno o dos colores solamente. Una medida del grado de brillo de la muestra también queda incluida en los valores de comparación del color que se obtienen con el tintómetro.

La fatiga ocular afecta a la comparación del color. Es preferible utilizar los resultados obtenidos al examinar por primera vez la muestra que los obtenidos después de un largo periodo de examen.

ESPECTROFOTOMETRIA

Los análisis espectrofotométricos pueden proporcionar información útil sobre la estructura de los productos alimenticios o la de sus componentes. El margen espectral adecuado oscila de 1000 a 8000 Å (100 - 800 nm).

Los primeros equipos realizaban una comprobación visual o fotográfica registrando los resultados obtenidos a las longitudes de onda fijadas. Este sistema ha sido reemplazado por la detección fotoeléctrica en la cual la luz incidiendo sobre una superficie metálica, mantenida a vacio, produce una actividad en los electrones proporcional a la intensidad y de esta forma crea una corriente de flujo detectable. El potencial producido puede relacionarse con la densidad óptica. El equipo más simple se basa en la reflectancia de medio prisma giratorio que selecciona una longitud de onda conocida, la cual pasa a través de la muestra. Espectrofotómetros más complejos tienen un rejilla de difracción que permite mayor resolución óptica y mejor capacidad para realizar un barrido continuo del espectro. En el comercio pueden adquirirse instrumentos tanto con barrido manual como automático.

Los espectros de rayos infrarrojos (IR) son el resultado de las vibraciones por efecto de las radiaciones sobre las moléculas. Los átomos en una molécula pueden considerarse unidos mediante enlaces que tienen una capacidad para resonar. Esas vibraciones producen una redisposición desordenada de las cargas eléctricas de las moléculas que pueden detectarse mediante el equipo de infrarrojos. El resto de las bandas pueden detectarse en el espectro Raman aunque el equipo comercial para este tipo de espectro es difícil de fabricar y cuesta muy caro. En el análisis de los alimentos los rayos infrarrojos abarcan desde 1 a 50 nm y más exactamente en el área útil desde 2 hasta 15 nm. En los productos manufacturados el espectro de infrarrojos tiene gran valor en la identificación o caracterización de los aditivos.

Tanto si se utiliza la luz ultravioleta como la infrarroja es necesario seleccionar con cuidado la banda espectral para que los resultados sólo sean aplicables a la sustancia problema. Gran número de bandas de absorción son características de un grupo de sustancias afines. La selección del solvente es también importante debiendose suprimir los líquidos que puedan absorber o interferir en el espectro. Existen equipos comerciales con una unidad de doble haz incorporado que es capaz de coordinar impulsos alternativos de los haces de la muestra problema y de la referencia (blanco) y en consecuencia impide cualquier interferencia. Normalmente se usan los prismas de cristal de roca, así como los fabricados en vidrio, que no transmiten en la región del infrarrojo. De todos modos los tipos de prismas más utilizados se fabrican en cristal de roca y deben manipularse con sumo cuidado para no producirles marcas. Para evitar su deterioro los prismas deben almacenarse en atmósferas con humedades relativas bajas. Si bien el examen de las muestras puede realizarse colocando sobre las placas de cristal de roca algunas gotas de solución problema, es más útil, para el trabajo cualitativo, fundir el material problema y permitir que se deposite sobre la placa en forma de una delgada película. Alternativamente el compuesto puede pulverizarse con "Nujol" o bromuro potásico y presionarse en un portamuestras circular.

Otras características que poseen diferentes tipos de equipos comerciales son la evacuación del área de prueba para eliminar el vapor de agua y el dióxido de carbono, registros lineales mediante servo sistemas que equilibran la proyección de las señales y ranuras ajustables que aseguran la transmisión al detector de niveles uniformes de energía de radiación.

ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA O DE ABSORCION ATOMICA

La espectrofotometría de llama o de absorción atómica (AAS) se basa en la absorción de luz que se produce cuando los iones de una

solución se vaporizan en una llama. Es una técnica de análisis rápida y muy sensible detectando concentraciones tan bajas como 1 ppm. El procedimiento a seguir para la determinación de contaminantes metálicos pueden realizarlo analistas relativamente no especializados. La producción de iones depende de la temperatura de la llama y del potencial de ionización del compuesto. Se basa en la transición de los átomos neutros en reposo a un estado excitado. La espectrofotometría de llama o de absorción atómica tiene una mayor sensibilidad y es más estable que las técnicas de emisión de llama, y también menos sensible a las fluctuaciones en la temperatura de la llama.

El márgen espectral útil para amplificar y registrar los resultados tiene semejanza, entre 190 y 100 μg, a los detectores normales de luz ultravioleta (U_oV_o). Como filtro se usa un tubo catódico hueco relleno de gas argon o neón. Un atomizador proyecta el gas en la llama producida en el quemador. Previamente la muestra y el gas oxidante se mezclan en una cámara antes de pulverizarse hacia la llama. Como oxidante normalmente se utiliza una mezcla de aire y acetileno (2100 - 2400 ^{o} C).

Una posible desventaja del método es que no permite realizar determinaciones simultáneas de diferentes metales. La viscosidad de la solución también puede afectar a la velocidad de pulverización en la llama. La presencia de algunos compuestos tales como los metales alcalinos o sílica puede producir interferencias. La pirrolidina amoniodizocarbamato está indicada para quelar trazas metálicas de los alimentos y su sensibilidad aumenta cuando se suspenden en solventes orgánicos. Un factor importante es la elección del gas - neón para el plomo, hierro y niquel y aire-acetileno para el aluminio y silicio. El procedimiento normal consiste en preparar una serie de patrones de metales a determinar, con diferentes concentraciones, aspirar hacia la llama, construir una curva de calibración con las absorbancias obtenidas y calcular la concentración de la muestra a partir de la curva patrón.

ESPECTROFOTOMETRIA DE MASAS

Si los electrones de los orbitales periféricos de un átomo o molécula se somete a un bombardeo con electrones libres pueden desprenderse del átomo o molécula y en consecuencia el material resultante queda "ionizado" mostrando una carga neta positiva. Parte de los fragmentos moleculares producen durante el bombardeo una imagen característica denominada espectro de masa. Si se parte de un compuesto capaz de volatilizarse a temperaturas del orden de 350^{o} C el registro del espectro de masa proporcionará una información útil para caracterizar la muestra problema. Las características del diseño de este tipo de instrumentos resultan complejas, ocupan un espacio considerable y además los hacen costosos. Las técnicas implicadas en la

espectrofotometría de masa son relativamente simples, pero las dificultades señaladas hacen que sean de poca utilidad en la industria de los alimentos, aunque eficaces en investigación.

POLAROGRAFIA

Los productos con agrupaciones que se reduzcan electrolíticamente pueden analizarse por métodos polarográficos. En ellos se registran las variaciones sufridas por la intensidad de la corriente eléctrica que se crea al aplicar una corriente de intensidad gradualmente creciente.

Las soluciones de la sustancia problema en agua o en una mezcla de agua y un solvente miscible, a la que previamente se le adiciona un cloruro, se electrolizan en una célula que contiene el electrodo de gota de mercurio y el ánodo. La aplicación de diferentes intensidades de voltaje produce una corriente en la solución que origina una transferencia de iones cloruro. El control cuidadoso del voltaje permite producir una situación en la cual se reducen los iones cercanos al cátodo, pero no los que se encuentran alejados. En estas condiciones se dice que el electrodo está "polarizado" y puede determinarse su potencial. Este valor se relaciona con otras propiedades de la sustancia problema siendo el potencial del electrodo proporcional a la concentración. Aunque el método polarográfico puede parcialmente automatizarse no ha encontrado mucha utilidad en el análisis de alimentos.

RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR

La utilización de las técnicas de resonancia magnética nuclear (NMR) en la determinación del contenido acuoso en los alimentos ha hecho aumentar su interés, tendiéndose a utilizar como instrumento de investigación además de como sistema de control de calidad. El equipo no sólo es costoso sino extremadamente pesado (más de 1 tonelada).

La resonancia magnética nuclear se basa en el efecto mostrado por los núcleos atómicos con electrones sin aparear que tienen una carga procedente de un protón adicional y que muestran propiedades magnéticas. Las diferencias en los niveles de energía tienen lugar si tales nucleos se someten a un campo magnético. Cuando se irradia con determinadas ondas de radio frecuencia se producen picos de absorción.

La ventaja de las técnicas NMR es la capacidad para estudiar la conducta del átomo de hidrógeno protegido de otros elementos. El instrumento permite medir la absorción de energía cuando se aplica un campo magnético. El área delimitada por la señal es proporcional a la cantidad de componente presente. El registro puede usarse en

consecuencia para determinar el contenido acuoso de los productos alimenticios en aquellos productos de difícil determinación.

El equipo de prueba consta de un imán, un oscilador de radio frecuencia y un detector. La muestra se disuelve en un solvente que presente nula o ligera absorción y a continuación se coloca en un campo magnético y se le somete a las ondas de radio frecuencia. La absorción se transmite a un osciloscopio o registrador incorporado al detector.

SEPARACION A CONTRACORRIENTE

La separación de mezclas complejas tales como ácidos grasos mixtos a componentes más simples puede realizarse utilizando las variaciones de solubilidad en diferentes solventes inmiscibles. La relación de los solventes puede equilibrarse de tal modo que la muestra sea aproximadamente mitad soluble en un solvente y el resto de solubilidad se reparta entre los otros solventes. Mezclas típicas de solventes utilizadas para materiales grasos son éter de petróleo ligero y etanol acuoso.

La sustancia problema se disuelve en el solvente menos denso y a continuación se transfiere al primer tubo de una unidad de agitación que consiste en un banco de tubos conectados de 100 o menos hasta 400 tubos. En los tubos se coloca el solvente de mayor densidad que formará la capa inferior. Un simple mecanismo de balanceo produce la distribución uniforme de la muestra entre los solventes y una plataforma inclinada produce el paso del solvente menos denso al tubo siguiente. Entre tanto más cantidad de solvente con menor densidad pasa desde un recipiente al primer tubo de la serie. Este procedimiento se continúa hasta que se separen los diferentes componentes o hasta el momento en que se obtenga una fracción concentrada.

La proporción de solvente puro utilizada puede determinarse preparando en embudos de separación, una serie de diferentes mezclas de solventes a los que se le añade cantidades exactas de muestra. Después de agitar, dejar en reposo y separar, se transfiere la fracción menos densa a un frasco previamente pesado, se evapora el solvente y se pesa el resíduo. Comparando los resultados se conocerá la proporción de solvente apropiado para obtener una separación de aproximadamente 50:50.

MEDIDA DE LA TEXTURA

La textura, junto con el color, el sabor y el aroma, es uno de los factores principales en la selección y adquisición de los alimentos. Los intentos de medir la textura utilizando pruebas de degustación que implican un juicio crítico son difíciles de estandarizar y los resultados están sujetos normalmente a desviaciones. En consecuencia

existe la necesidad de equipos que relacionen la textura con los valores obtenidos por medios mecánicos objetivos y reproductibles, de modo que permitan la valoración objetiva de la calidad después de la fabricación y durante el almacenamiento. Existen gran número de instrumentos; de los indicados en la sección de métodos el "Instron Materials Tester Model 1180" (Instron Ltd., High Wycombe, England) desarrollado en otros campos industriales se ha adoptado en las pruebas de alimentos. Este aparato contiene un equipo de prueba separado de una consola control. La cabeza móvil es accionada sincronicamente para producir un control exacto en el márgen de 5 mm min^{-1} a 500 mm min^{-1}. Esto permite una velocidad de deformación constante para la carga aplicada. Los sistemas utilizados para medir la textura son muy variados e incluyen agujas, diferentes tipos de punzones, células de prueba y extrusores. Cualquier sistema escogido debe permitir, dentro de la muestra, la aplicación de fuerzas tensoras, compresoras, flexoras y de cizalla. Células indicadoras de la intensidad de deformación se usan para detectar y transmitir las lecturas a un registrador que representa gráficamente la conducta de la sustancia problema. Estos registradores llevan diferentes velocidades de recorrido de la carta, que puede utilizarse para aumentar la detección de las condiciones más adecuadas de deformación. Los accesorios para el instrumento incluyen la máquina "Warner Bratzler", el aparato multihojas "Kramer" y la célula de medida "Ottawa Texture". Su uso varía considerablemente y proporciona información en la mayoría de las frutas y verduras frescas, congeladas y enlatadas, así como en otros productos alimenticios procesados.

Las pruebas de *degustación* pueden utilizarse con tres fines principales:

1. para comprobar que los productos tienen aroma y textura constante cuando se modifica su producción tecnológica o cuando varía la materia prima suministrada.
2. para evaluar ingredientes de una fórmula al objeto de elegir nuevas fuentes de abastecimiento.
3. para comprobar el probable éxito de un nuevo producto.

Al someter a examen productos con las finalidades (1) y (2) es aconsejable usar el método de presentación triangular. En este sistema se presentan a examen tres muestras, dos de las cuales son idénticas y la tercera diferente. Las dos muestras similares pueden ser la muestra problema o bien la muestra patrón.

Las muestras deberán codificarse con símbolos mejor que con números o letras. De ésta forma se evitan los errores que puedan sugerir el 1, 2 y 3 o bien la A, B y C. Un buen sistema de codificación ternaria, que no sugiere nada consiste en usar los símbolos *, Ø y &. Las muestras no deberán presentarse formando una línea recta ya que los catadores siempre tienden a comenzar por el mismo extremo y esto a veces determina una preferencia por la elección de una muestra determinada. Se recomienda que las muestras se presenten como indica la figura 14.

Las muestras deberán presentarse al azar cambiando durante la prueba la posición de la muestra similar. Si la muestra patrón se halla codificada con el símbolo * y la desconocida se halla codificada con el símbolo &, la presentación de la muestra codificada con el símbolo Ø se hará de acuerdo con el esquema al azar que se ofrece en la Tabla XXVIII, para un panel de diez degustadores.

* &

Ø

Fig. 14. Presentación de muestras a degustar.

El color influye notablemente en la preferencia del juez y por tanto siempre que sea posible se eliminarán o reducirán al mínimo las diferencias de color entre las muestras. Aunque en los laboratorios de control normalmente no sobra espacio, a veces es posible destinar

Tabla XXVIII

Elección de la muestra similar, codificada con el signo Ø, para la presentación en una prueba triangular

Núm. de la prueba	*Juez*									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	*	*	&	&	*	&	&	&	*	*
2	&	&	*	&	*	&	&	*	&	*
3	&	*	*	&	*	*	&	*	*	&
4	&	&	*	&	&	&	*	&	&	*
5	*	&	*	&	*	&	*	&	*	*
6	&	&	*	*	*	*	*	&	&	*
7	*	&	&	&	*	&	*	*	*	&
8	&	&	&	*	*	&	&	*	&	&
9	&	&	*	*	*	&	*	&	*	*
10	*	*	*	&	&	&	&	*	*	&

una habitación libre de ruidos y que pueda dejarse a oscuras. Esta habitación destinada a las pruebas de degustación tiene que iluminarse con luz roja. Es tentador economizar tiempo y evitar frustraciones presentando las muestras cuando los jueces se encuentran situados en su puesto de trabajo, pero este es un procedimiento poco satisfactorio porque las influencias externas afectan al juicio y porque es difícil impedir la discusión entre los miembros del equipo. Las muestras deberán tener aproximadamente el mismo tamaño o volumen y, a menos que se consuman caliente, se presentarán a temperatura ambiente. No conviene probar más de tres muestras a la vez puesto que el paladar se satura y es incapaz entonces de discernir pequeñas diferencias. Para "lavar la boca" entre prueba y prueba conviene ofrecer agua o alimentos neutros. Con tal fín son apropiados, los bizcochos de pan no salado o el pan ordinario descortezado.

Los miembros del equipo tienen que ser elegidos cuidadosamente y sólo después de una escrupulosa selección. No debe inferirse que una persona que ha estado implicada durante muchos años en la fabricación de un producto determinado sea un buen juez capaz de advertir pequeñas diferencias en un producto, ni mucho menos que coincida con el gusto del público. Para seleccionar los miembros de un panel deben presentarse muestras con diferencias mínimas para valorar la eficacia del juicio. Los jueces elegidos deberán someterse a un entrenamiento consistente en detectar diferencias cada vez menores en la calidad del producto mediante una serie adicional de pruebas en las cuales se les presentan muestras de diferencias conocidas.

La elección del formulario a cumplimentar por el juez debe pensarse cuidadosamente. El formulario siguiente es válido para la mayoría de los tipos de productos alimenticios:

Degustador: . . . . . Prueba No . . . . . .

Fecha . . . . . .

Las muestras que tiene ante Vd. son:

Dos de ellas idénticas y la tercera diferente. Después que las deguste dibuje un círculo en torno a la respuesta correcta.

1. ¿Puede detectar alguna diferencia en las muestras?

SI

NO

2. ¿Cuál es la muestra diferente? * & Ø

3. Indique brevemente qué diferencia cree que existe

Las muestras tienen que presentarse al degustador en dos ocasiones. Se considera que existe una diferencia significativa entre las muestras problema y patrón cuando el número de respuestas correctas excede de cierto nivel. El número de respuestas correctas requerida por cada serie de representaciones a degustar por el procedimiento triangular se indica en la Tabla XXIX.

COMPARACIONES ENTRE MUESTRAS EMPAREJADAS

La prueba triangular indica si existe una diferencia distinguible entre dos productos alimenticios similares. Sin embargo, cuando se trata de determinar si un factor dado, tal como la dureza, la penetración o sabor ácido, ha variado, o si un producto es preferido a otro, se utilizan pruebas de solo dos muestras. En general las comparaciones entre dos muestras ("duo-testing") requieren más comprobaciones que las comparaciones triangulares. Se supone que en estas pruebas el 5 por ciento de los juicios son erróneos, por lo que al menos 20 jueces tienen que identificar una preferencia en 25 presentaciones de la muestra (ver Tabla XXX). En análisis de control de calidad, el número de pruebas puede reducirse si se presentan dos pares de la misma muestra distribuidas al azar. A los jueces tiene que preguntársele que señalen la preferencia primera, la segunda o la no diferencia en cada presentación. Los resultados que indiquen no diferencia tienen que separarse por igual entre la preferencia por cada muestra.

Tabla XXIX

Número de respuestas correctas requeridas para un número dado de pruebas triangulares

Núm. de degustaciones	*Número de respuestas correctas requerido para una diferenciación significativa* p = 0,05	p = 0,01	p = 0,001	*Núm. de degustadores*	*Número de respuestas correctas requerido para una diferenciación significativa* p = 0,05	p = 0,01	p = 0,001
7	5	6	7	40	20	22	24
8	6	7	8	41	20	22	24
9	6	7	8	42	21	22	25
10	7	8	9	43	21	23	25
11	7	8	9	44	21	23	25
12	8	9	10	45	22	24	26
13	8	9	10	46	22	24	26
14	9	10	11	47	23	25	27
15	9	10	12	48	23	25	27
16	10	11	12	49	23	25	28
17	10	11	13	50	24	26	28
18	10	12	13	51	24	26	29
19	11	12	14	52	25	27	29
20	11	13	14	53	25	27	29
21	12	13	15	54	25	27	30
22	12	14	15	55	26	28	30
23	13	14	16	56	26	28	31
24	13	14	16	57	27	29	31
25	13	15	17	58	27	29	32
26	14	15	17	59	27	30	32
27	14	16	18	60	28	30	33
28	15	16	18	65	30	32	35
29	15	17	19	70	32	34	37
30	16	17	19	75	34	36	39
31	16	18	19	80	35	38	41
32	16	18	20	85	37	40	43
33	17	19	20	90	39	42	45
34	17	19	21	95	41	44	47
35	18	19	21	100	43	46	49
36	18	20	22	300	117	122	127
37	18	20	22	500	188	194	202
38	19	21	23	1 000	363	372	383
39	19	21	23	2 000	709	722	739

Ref. Roessler E. B.; Warren, J., Guymon, J. F., *Food Res.* (1948), *13*, 503.

Nota: p = nivel de significación, 1 en 20, 1.000 y 1.000 representaciones.

En un panel de 50 degustadores si se quiere alcanzar una respuesta significativa los resultados tienen que indicar que al menos dos terceras partes de los jueces han emitido su preferencia por una muestra.

En las pruebas de comparación de dos muestras, -estas pueden marcarse simplemente como patrón y problema. Este proceder sin embargo puede influir en los jueces que está a favor y en contra de los productos de la "casa". En el formulario a cumplimentar debe pedirse a los jueces que indiquen si existe diferencia entre las muestras, cuál es la muestra preferida y por qué es preferida. Se recomienda no obstante usar también los símbolos descritos para las degustaciones triangulares.

Al objeto de obtener una medición cuantitativa sobre la preferencia de una determinada muestra, se debe preguntar a los degustadores

que indique cuál de los términos siguientes se acerca más a su juicio.

Muy agradable
Moderadamente agradable
Ligeramente agradable
Ni agradable ni desagradable
Ligeramente desagradable
Relativamente desagradable
Muy desagradable

A continuación cada resultado debe puntuarse sobre una escala hedónica en donde 7 representa el término "muy agradable" y el 1 "muy desagradable".

Tanto la muestra patrón como la problema tienen que recibir una puntuación. La puntuación de la muestra patrón sirve de guía de seguridad a los miembros del panel durante las pruebas seriadas. Se recomienda que los catadores marquen el número que se aproxime más a la descripción de la muestra. Una útil serie de términos numerados es la siguiente:

Excelente	Marca 5
Bueno	Marca 4
Satisfactorio	Marca 3
Mediocre	Marca 2
Malo	Marca 1

TERMINOS DESCRIPTIVOS

A menudo los degustadores tienen mucha dificultad en encontrar la palabra exacta para describir la muestra. En la Tabla XXXI se dan numerosas descripciones comunes sobre la textura y el sabor de los alimentos. Sería necesario obtener una guía más directa sobre las diferentes preparaciones de un producto alimenticio. Según Szczesniak, A.S. (*J. Fd. Sci.*, 1963, *4, 28,* 385-389) la tecnología utilizada por los consumidores para describir los productos alimenticios aparecen con la frecuencia siguiente:

textura, porcentaje	32,1
sabor, porcentaje	26,7
color, porcentaje	16,0
forma, porcentaje	12,5
apariencia, porcentaje	6,5
aroma, porcentaje	2,1
otros, porcentaje	4,0

Información adicional sobre la evaluación del panel de catadores puede encontrarse en Harper, R., 1972, *The Human Senses in Ac-*

tion, Churchill, Longman London; Amerine, M.A. *et al.,* 1965, *Principles of Sensory Evaluation,* Academic Press, New York; y Yoshikawa, S, 1970, *J. Text. Studies, 1,* 437-442.

Tabla XXX

Comparaciones entre muestras emparejadas

(Cada degustador prueba dos pares de las mismas dos muestras distribuidas al azar y sin usar código directivo).

Número total de parejas probadas	*Nivel de elecciones precisas para una preferencia clara*
20	17
25	20
30	23
35	26
40	29
45	32
50	35
55	38
60	41

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
POTENTIOR EST OMNIUM SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

Tabla XXXI

Términos utilizados para describir la textura y el sabor

(*a*)	(*b*)	(*c*)	(*d*)	(*e*)	(*f*)	(*g*)	(*h*)	(*i*)
Crujiente	Blando	Acaramelado	Fibroso	Céreo	Acético	Acuoso	Ahumado	Aromático
Desmenuzable	Corto	Arenoso	De gacha	Frito	Acido	Almacenado	Apetitoso	Balsámico
Quebradizo	Cremoso	Aspero	Harinoso	Grasiento	Acre	Débil	A carne	Descompuesto
	"De chicle"	Cálcareo	Pastoso	Húmedo	Agrio	Delicioso	A cartón	A flores
	Duro	Basto	Pegajoso	Melado	Amargo	Escaldado	Chamuscado	Fragante
	Elástico	Cristalino		Jugoso	Astringente	Estimulante	A gasolina	Hediondo
	Esponjoso	Grumoso		Oleoso	Avinagrado	Estofado	A heno	Inodoro
	Firme	Pulverulento		Seco	Dulce	Frío	A hierbas	Maloliente
	Frio, húmedo y blando	Suave			Desagradable	Fuerte	Intragable	Mohoso
					Punzante	Gustoso	Medicinal	Olor desagradable
	Ligero				Sin dulce	Incomible	A menta	Oloroso
	Mucilaginoso					Insípido	A nueces	Perfumado
	Mullido					Limpio	A pan	Sucio
	Rígido					Pasado	Penetrante	
	Tierno					Plano	Quemado	
						Repulsivo	Rancio	
						Sabroso	A fruta	
						Suave	Sin sabor	
						Uniforme	A tierra	

Tabla XXXII

Correspondencias de pesos y medidas

Longitud

1 pulgada	=	25, 4 mm
1 pie	=	304,8 mm
1 yarda	=	0,9144 m

Masa

1 onza (oz)	=	28,35 gramos (g)
	=	16 dracmas (peso) = 437,5 granos (peso)
1 libra (lb)	=	453,59237 g
	=	0,4536 kilógramos (kg)
	=	16 onzas
	=	256 dracmas (peso) = 7000 granos (peso)
1 "stone"	=	6,350 kg
1 quintal	=	50,80 kg
1 "ton"	=	1.016 kg = 1,016 toneladas
1 gramo	=	0,0353 oz = 15,43 granos
1 kilógramo	=	2,2046 lb
partes por millón en peso/peso base	=	milígramos por kilógramo
1 microgramo	=	1·millonésima parte de gramo (10^{-6})
1 pulgada cuadrada	=	645,16 mm^2
1 pie cuadrado	=	0,092903 m^2

Volumen

1 pulgada cúbica	=	16387,1 mm^3
	=	16,39 cm^3
1 pie cúbico	=	0,028317 m^3
1 yarda cúbica	=	0,7646 m^3
1 pie cúbico (agua)	=	62,35 lb

Capacidad

1 onza de líquido (fl. oz)	=	28,41 cm^3
	=	0,028 dm^3
1 pinta	=	0,5683 dm^3
	=	4 ó 2 "gills"
1 galón	=	4,546 dm^3
	=	1,201 "US gal"
	=	160 "fl. oz imperial"
1 "US gal"	=	0,83267 "Imp. gal"
	=	3,7854 dm^3
1 litro (l)	=	1 decímetro cúbico (dm^3)
1 mililitro	=	1 centímetro cúbico (cm^3)

Energía

1 caloria termoquímica	=	4,184 J
1 unidad térmica británica	=	1,055 kJ
1 ft pdl	=	0,042140 J

Energías metabolizables

proteína	=	17 $KJ\,g^{-1}$
grasa	=	37 $KJ\,g^{-1}$
carbohidratos	=	16 $KJ\,g^{-1}$

Referencias

1.BSI, "The Use of SI Units" 1/1969.
2.Royal Society, "Metric Units, Conversion Factors and nomenclature", 1972.

Tabla XXXIII

Prefijos decimales para unidades de medida

Prefijo	*Símbolo*	*Factor de multiplicación*
pico	p	10^{-12}
namo	n	10^{-9}
micro	μ	10^{-6}
mili	m	10^{-3}
centi	c	10^{-2}
deci	d	10^{-1}
deca	da	10
hecto	h	10^{2}
kilo	k	10^{3}
mega	M	10^{6}
giga	G	10^{9}
tera	T	10^{12}

Tabla XXXIV

Unidades base en el sistema "SI"

Cantidad física	*Unidad*	*Símbolo*
Longitud	metro	m
masa	kilógramo	kg
tiempo	segundo	s
corriente eléctrica	amperio	A
temperatura termodinámica	kelvin	K
intensidad luminosa	candela	cd
cantidad de sustancia	mol	mol

Tabla XXXV

(lista de pesos atómicos relativos, $A_r(^{12}C) = 12$)

Los valores A_r (E) que se dan se refieren a los elementos tal como se encuentran en los materiales de origen terrestre y a ciertos elementos artificiales.

Elemento	*Peso atómico*	*Elemento*	*Peso atómico*
Actinio	–	Disprosio	162,50
Aluminio	26,98154	Einsteinio	–
Americio	–	Erbio	167,26
Antimonio	121,75	Escandio	44,9559
Argón	39,943	Estaño	118,69
Arsénico	74,9216	Estroncio	87,62
Astatio	–	Europio	151,96
Azufre	32,06	Fermio	–
Bario	137,34	Flúor	18,99840
Berkelio	–	Fósforo	30,97376
Berilio	9,01218	Francio	–
Bismuto	208,9804	Gadolinio	157,25
Boro	10,81	Galio	69,72
Bromo	79,904	Germanio	72,59
Cadmio	112,40	Hafnío	178,49
Calcio	40,08	Helio	4,00260
Californio	–	Holmio	164,9340
Carbono	12,011	Hidrógeno	1,0079
Cerio	140,12	Hierro	55,847
Cesio	132,9054	Indio	114,82
Cinc	65,33	Iodo	126,9045
Circonio	91,22	Iridio	192,22
Cloro	35,453	Iterbio	173,04
Cobalto	58,9332	Itrio	88,9059
Cobre	63,546	Lantano	138,9055
Criptón	83,80	Litio	6,941
Cromo	51,996	Lutecio	174,97
Curio		Magnesio	24,305

Elemento	*Peso atómico*	*Elemento*	*Peso atómico*
Manganeso	54,9380	Protactinio	231,0359
Mendelevio	–	Radio	226,0254
Mercurio	200,57	Radón	–
Molibdeno	95,94	Renio	186,2[4]
Neodimio	144,24	Rodío	102,9055
Neón	20,179	Rubidio	85,467
Neptunio	237,0482	Rutenio	101,07
Níquel	58,71	Sumario	150,4
Niobio	92,9064	Selenio	78,96
Nitrógeno	14,0067	Silicio	28,086
Nobelio	–	Sodio	22,98977
Osmio	190,2	Tantalio	180,947
Oro	196,9665	Tecnecio	–
Oxígeno	15,9994	Telurio	127,60
Paladio	106,4	Terbio	158,9254
Plata	107,868	Talio	204,37
Platino	195,09	Torio	232,0381
Plomo	207,2	Titanio	47,9
Plutonio	–	Tulio	168,9342
Polonio	–	Tungsteno	183,85
Potasio	39,098	Uranio	238,029
Praseodimio	140,9077	Vanadio	50,9414
Prometeo	–	Xenón	131,30

Notas:
1. Tomados del informe de la "IUPAC Commission on Atomic Weights, 1971, (*Pure Appl. Chem.*, 1972, *30*, 637).
2. Los valores se consideran exactos hasta 1 ó 3 dígitos decimales según ciertos criterios establecidos en el informe de la "IUPAC Commission".
3. Se han omitido notas con detalles adicionales. Por favor, referirse al trabajo original.

CLASIFICACION DE SOLUCIONES

Productos gelatinosos

Diluir 100 ml de solución de ácido fosfotúngstico al 10 por ciento con 100 ml de agua destilada y añadir 20 gramos de cloruro sódico puro a la mezcla.

Masa grasa/proteica

Mezclar cantidades iguales de ferrocianuro potásico al 10,6 por ciento y de solución de acetato de cinc al 21,9 por ciento conteniendo 2 ml de ácido acético glacial por 100 ml.

Soluciones azucaradas brutas, leche

Preparar acetato de plomo neutro a saturación.

Tabla XXXVI

Logaritmos

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1 2 3	4 5 6	7 8 9
10	0000	0043	0086	0128	0170	0212	0253	0294	0334	0374	4 8 12	17 21 25	29 33 37
11	0414	0453	0492	0531	0569	0607	0645	0682	0719	0755	4 8 11	15 19 23	26 30 34
12	0792	0828	0864	0899	0934	0969	1004	1038	1072	1106	3 7 10	14 17 21	24 28 31
13	1139	1173	1206	1239	1271	1303	1335	1367	1399	1430	3 6 10	13 16 19	23 26 29
14	1461	1492	1523	1553	1584	1614	1644	1673	1703	1732	3 6 9	12 15 18	21 24 27
15	1761	1790	1818	1847	1875	1903	1931	1959	1987	2014	3 6 8	11 14 17	20 22 25
16	2041	2068	2095	2122	2148	2175	2201	2227	2253	2279	3 5 8	11 13 16	18 21 24
17	2304	2330	2355	2380	2405	2430	2455	2480	2504	2529	2 5 7	10 12 15	17 20 22
18	2553	2577	2601	2625	2648	2672	2695	2718	2742	2765	2 5 7	9 12 14	16 19 21
19	2788	2810	2833	2856	2878	2900	2923	2945	2967	2989	2 4 7	9 11 13	16 18 20
20	3010	3032	3054	3075	3096	3118	3139	3160	3181	3201	2 4 6	8 11 13	15 17 19
21	3222	3243	3263	3284	3304	3324	3345	3365	3385	3404	2 4 6	8 10 12	14 16 18
22	3424	3444	3464	3483	3502	3522	3541	3560	3579	3598	2 4 6	8 10 12	14 15 17
23	3617	3636	3655	3674	3692	3711	3729	3747	3766	3784	2 4 6	7 9 11	13 15 17
24	3802	3820	3838	3856	3874	3892	3909	3927	3945	3962	2 4 5	7 9 11	12 14 16
25	3979	3997	4014	4031	4048	4065	4082	4099	4116	4133	2 3 5	7 9 10	12 14 15
26	4150	4166	4183	4200	4216	4232	4249	4265	4281	4298	2 3 5	7 8 10	11 13 15
27	4314	4330	4346	4362	4378	4393	4409	4425	4440	4456	2 3 5	6 8 9	11 13 14
28	4472	4487	4502	4518	4533	4548	4564	4579	4594	4609	2 3 5	6 8 9	11 12 14
29	4624	4639	4654	4669	4683	4698	4713	4728	4724	4757	1 3 4	6 7 9	10 12 13
30	4771	4.86	4800	4814	4829	4843	4857	4871	4886	4900	1 3 4	6 7 9	10 11 13
31	4914	4928	4942	4955	4969	4983	4997	5011	5024	5038	1 3 4	6 7 8	10 11 12
32	5051	5065	5079	5092	5105	5119	5132	5145	5159	5172	1 3 4	5 7 8	9 11 12
33	5185	5198	5211	5224	5237	5250	5263	5276	5289	5302	1 3 4	5 6 8	9 10 12
34	5315	5328	5340	5353	5366	5378	5391	5403	5416	5428	1 3 4	5 6 8	9 10 11
35	5441	5453	5465	5478	5490	5502	5514	5527	5539	5551	1 2 4	5 6 7	9 10 11
36	5563	5575	5587	5599	5611	5623	5635	5647	5658	5670	1 2 4	5 6 7	8 10 11
37	5682	5694	5705	5717	5729	5740	5752	5763	5775	5786	1 2 3	5 6 7	8 9 10
38	5798	5809	5821	5832	5843	5855	5866	5877	5888	5899	1 2 3	5 6 7	8 9 10
39	5911	5922	5933	5944	5955	5966	5977	5988	5999	6010	1 2 3	4 5 7	8 9 10
40	6021	6031	6042	6053	6064	6075	6085	6096	6107	6117	1 2 3	4 5 6	8 9 10
41	6128	6138	6149	6160	6170	6180	6191	6201	6212	6222	1 2 3	4 5 6	7 8 9
42	6232	6243	6253	6263	6274	6284	6294	6304	6314	6325	1 2 3	4 5 6	7 8 9
43	6335	6345	6355	6365	6375	6385	6395	6405	6415	6425	1 2 3	4 5 6	7 8 9
44	6435	6444	6454	6464	6474	6484	6493	6503	6513	6522	1 2 3	4 5 6	7 8 9
45	6532	6542	6551	6561	6571	6580	6590	6599	6609	6618	1 2 3	4 5 6	7 8 9
46	6628	6637	6646	6656	6665	6675	6684	6693	6702	6712	1 2 3	4 5 6	7 7 8
47	6721	6730	6739	6749	6758	6767	6776	6785	6792	6803	1 2 3	4 5 5	6 7 8
48	6812	6821	6830	6839	6848	6857	6866	6875	6884	6893	1 2 3	4 4 5	6 7 8
49	6902	6911	6920	6928	6937	6946	6955	6964	6972	6981	1 2 3	4 4 5	6 7 8
50	6990	6998	7007	7016	7024	7033	7042	7050	7059	7067	1 2 3	3 4 5	6 7 8
51	7076	7084	7093	7101	7110	7118	7126	7135	7143	7152	1 2 3	3 4 5	6 7 8
52	7160	7168	7177	7185	7193	7202	7210	7218	7226	7235	1 2 2	3 4 5	6 7 7
53	7243	7251	7259	7267	7275	7284	7292	7300	7308	7316	1 2 2	3 4 5	6 6 7
54	7324	7332	7340	7348	7356	7364	7372	7380	7388	7396	1 2 2	3 4 5	6 6 7

Tabla XXXVI (*continuación*)

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2	3	4	5	6	7	8	9
55	7404	7412	7419	7427	7435	7443	7451	7459	7466	7474	1	2	2	3	4	5	5	6	7
56	7482	7490	7497	7505	7513	7520	7528	7536	7543	7551	1	2	2	3	4	5	6	6	7
57	7559	7566	7574	7582	7589	7597	7604	7612	7619	7627	1	2	2	3	4	5	5	6	7
58	7634	7642	7649	7657	7664	7672	7679	7686	7694	7701	1	1	2	3	4	4	5	6	7
59	7709	7716	7723	7731	7738	7745	7752	7760	7767	7774	1	1	2	3	4	4	5	6	7
60	7782	7789	7796	7803	7810	7818	7825	7832	7839	7846	1	1	2	3	4	4	5	6	6
61	7853	7860	7868	7875	7882	7889	7896	7903	7910	7917	1	1	2	3	4	4	5	6	6
62	7924	7931	7938	7945	7952	7959	7966	7973	7980	7987	1	1	2	3	3	4	5	6	6
63	7993	8000	8007	8014	8021	8028	8035	8041	8048	8055	1	1	2	3	3	4	5	5	6
64	8062	8069	8075	8082	8089	8096	8102	8109	8116	8122	1	1	2	3	3	4	5	5	6
65	8129	8136	8142	8149	8156	8162	8169	8176	8182	8189	1	1	2	3	3	4	5	5	6
66	8195	8202	8209	8215	8222	8228	8235	8241	8248	8254	1	1	2	3	3	4	5	5	6
67	8261	8267	8274	8280	8287	8293	8299	8306	8312	8319	1	1	2	3	3	4	5	5	6
68	8325	8331	8338	8344	8351	8357	8363	8370	8376	8382	1	1	2	3	3	4	4	5	6
69	8388	8395	8401	8407	8414	8420	8426	8432	8439	8445	1	1	2	2	3	4	4	5	6
70	8451	8457	8463	8470	8476	8482	8488	8494	8500	8506	1	1	2	2	3	4	4	5	6
71	8513	8519	8525	8531	8537	8543	8549	8555	8561	8567	1	1	2	2	3	4	4	5	5
72	8573	8579	8585	8591	8597	8603	8609	8615	8621	8627	1	1	2	2	3	4	4	5	5
73	8633	8639	8645	8651	8657	8663	8669	8675	8681	8686	1	1	2	2	3	4	4	5	5
74	8692	8698	8704	8710	8716	8722	8727	8733	8739	8745	1	1	2	2	3	4	4	5	5
75	8751	8756	8762	8768	8774	8779	8785	8791	8797	8802	1	1	2	2	3	3	4	5	5
76	8808	8814	8820	8825	8831	8837	8842	8848	8854	8859	1	1	2	2	3	3	4	5	5
77	8865	8871	8876	8882	8887	8893	8899	8904	8910	8915	1	1	2	2	3	3	4	4	5
78	8921	8927	8932	8938	8943	8949	8954	8960	8965	8971	1	1	2	2	3	3	4	4	5
79	8976	8982	8987	8993	8998	9004	9009	9015	9020	9025	1	1	2	2	3	3	4	4	5
80	9031	9036	9042	9047	9053	9058	9063	9069	9074	9079	1	1	2	2	3	3	4	4	5
81	9085	9090	9096	9101	9106	9112	9117	9122	9128	9133	1	1	2	2	3	3	4	4	5
82	9138	9143	9149	9154	9159	9165	9170	9175	9180	9186	1	1	2	2	3	3	4	4	5
83	9191	9196	9201	9206	9212	9217	9222	9227	9232	9238	1	1	2	2	3	3	4	4	5
84	9243	9248	9253	9258	9263	9269	9274	9279	9284	9289	1	1	2	2	3	3	4	4	5
85	9294	9299	9304	9309	9315	9320	9325	9330	9335	9340	1	1	2	2	3	3	4	4	5
86	9345	9350	9355	9360	9365	9370	9375	9380	8385	9390	1	1	2	2	3	3	4	4	5
87	9395	9400	9405	9410	9415	9420	9425	9430	9435	9440	0	1	1	2	2	3	3	4	4
88	9445	9450	9455	9460	9465	9469	9474	9479	9484	9489	0	1	1	2	2	3	3	4	4
89	9494	9499	9504	9509	9513	9518	9523	9528	9533	9538	0	1	1	2	2	3	3	4	4
90	9524	9547	9552	9557	9562	9566	9571	9576	9581	9586	0	1	1	2	2	3	3	4	4
91	9590	9595	9600	9605	9609	9614	9619	9624	9628	9633	0	1	1	2	2	3	3	4	4
92	9638	9643	9647	9652	9657	9661	9666	9671	9675	9680	0	1	1	2	2	3	3	4	4
93	9685	9689	9694	9699	9703	9708	9713	9717	9722	9727	0	1	1	2	2	3	3	4	4
94	9731	9736	9741	9745	9750	9754	9759	9763	9768	9773	0	1	1	2	2	3	3	4	4
95	9777	9782	9786	9791	9795	9800	9805	9809	9814	9818	0	1	1	2	2	3	3	4	4
96	9823	9827	9832	9836	9841	9845	9850	9854	9859	9863	0	1	1	2	2	3	3	4	4
97	9868	9872	9877	9881	9886	9890	9894	9899	9903	9908	0	1	1	2	2	3	3	4	4
98	9912	9917	9921	9926	9930	9934	9939	9943	9948	9952	0	1	1	2	2	3	3	4	4
99	9956	9961	9965	9969	9974	9978	9983	9987	9991	9996	0	1	1	2	2	3	3	3	4

Tabla XXXVII

Antilogaritmos

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1 2 3	4 5 6	7 8 9
.00	1000	1002	1005	1007	1009	1012	1014	1016	1019	1021	0 0 1	1 1 1	2 2 2
.01	1023	1026	1028	1030	1033	1035	1038	1040	1042	1045	0 0 1	1 1 1	2 2 2
.02	1047	1050	1052	1054	1057	1059	1062	1064	1067	1069	0 0 1	1 1 1	2 2 2
.03	1072	1074	1076	1079	1081	1084	1086	1089	1091	1094	0 0 1	1 1 1	2 2 2
.04	1096	1099	1102	1104	1107	1109	1112	1114	1117	1119	0 1 1	1 1 2	2 2 2
.05	1122	1125	1127	1130	1132	1135	1138	1140	1143	1146	0 1 1	1 1 2	2 2 2
.06	1148	1151	1153	1156	1159	1161	1164	1167	1169	1172	0 1 1	1 1 2	2 2 2
.07	1175	1178	1180	1183	1186	1189	1191	1194	1197	1199	0 1 1	1 1 2	2 2 2
.08	1202	1205	1208	1211	1213	1216	1219	1222	1225	1227	0 1 1	1 1 2	2 2 3
.09	1230	1233	1236	1239	1242	1245	1247	1250	1253	1256	0 1 1	1 1 2	2 2 3
.10	1259	1262	1265	1268	1271	1274	1276	1279	1282	1285	0 1 1	1 1 2	2 2 3
.11	1288	1291	1294	1297	1300	1303	1306	1309	1312	1315	0 1 1	1 2 2	2 2 3
.12	1318	1321	1324	1327	1330	1334	1337	1340	1343	1346	0 1 1	1 2 2	2 2 3
.13	1349	1352	1355	1358	1361	1365	1368	1371	1374	1377	0 1 1	1 2 2	2 3 3
.14	1380	1384	1387	1390	1393	1396	1400	1403	1406	1409	0 1 1	1 2 2	2 3 3
.15	1413	1416	1419	1422	1426	1429	1432	1435	1439	1442	0 1 1	1 2 2	2 3 3
.16	1445	1449	1452	1455	1459	1462	1466	1469	1472	1476	0 1 1	1 2 2	2 3 3
.17	1479	1483	1486	1489	1493	1496	1500	1503	1507	1510	0 1 1	1 2 2	2 3 3
.18	1514	1517	1521	1524	1528	1531	1535	1538	1542	1545	0 1 1	1 2 2	2 3 3
.19	1549	1552	1556	1560	1563	1567	1570	1574	1578	1581	0 1 1	1 2 2	2 3 3
.20	1585	1589	1592	1596	1600	1603	1607	1611	1614	1618	0 1 1	1 2 2	3 3 3
.21	1622	1626	1629	1633	1637	1641	1644	1648	1652	1656	0 1 1	2 2 2	3 3 3
.22	1660	1663	1667	1671	1675	1679	1683	1687	1690	1694	0 1 1	2 2 2	3 3 3
.23	1698	1702	1706	1710	1714	1718	1722	1726	1730	1734	0 1 1	2 2 2	3 3 4
.24	1738	1742	1746	1750	1754	1758	1762	1766	1770	1774	0 1 1	2 2 2	3 3 4
.25	1778	1782	1786	1791	1795	1799	1803	1807	1811	1816	0 1 1	2 2 2	3 3 4
.26	1820	1824	1828	1832	1837	1841	1845	1849	1854	1858	0 1 1	2 2 3	3 3 4
.27	1862	1866	1871	1875	1879	1884	1888	1892	1897	1901	0 1 1	2 2 3	3 3 4
.28	1905	1910	1914	1919	1923	1928	1932	1936	1941	1945	0 1 1	2 2 2	3 4 4
.29	1950	1954	1959	1963	1968	1972	1977	1982	1986	1991	0 1 1	2 2 3	3 4 4
.30	1995	2000	2004	2009	2014	2018	2023	2028	2032	2037	0 1 1	2 2 3	3 4 4
.31	2042	2046	2051	2056	2061	2065	2070	2075	2080	2084	0 1 1	2 2 3	3 4 4
.32	2089	2094	2099	2104	2109	2113	2118	2123	2128	2133	0 1 1	2 2 3	3 4 4
.33	2138	2143	2148	2153	2158	2163	2168	2173	2178	2183	0 1 1	2 2 3	3 4 4
.34	2188	2193	2198	2203	2208	2213	2218	2223	2228	2234	1 1 2	2 3 3	4 4 5
.35	2239	2244	2249	2254	2259	2265	2270	2275	2280	2286	1 1 2	2 3 3	4 4 5
.36	2291	2296	2301	2307	2312	2317	2323	2328	2333	2339	1 1 2	2 3 3	4 4 5
.37	2344	2350	2355	2360	2366	2371	2377	2382	2388	2393	1 1 2	2 3 3	4 4 5
.38	2399	2404	2410	2415	2421	2427	2432	2438	2443	2449	1 1 2	2 3 3	4 4 5
.39	2455	2460	2466	2472	2477	2483	2489	2495	2500	2506	1 1 2	2 3 3	4 5 5
.40	2512	2518	2523	2529	2535	2541	2547	2553	2559	2564	1 1 2	2 3 4	4 5 5
.41	2570	2576	2582	2588	2594	2600	2606	2612	2618	2624	1 1 2	2 3 4	4 5 5
.42	2630	2636	2642	2649	2565	2661	2667	2673	2679	2685	1 1 2	2 3 4	4 5 6
.43	2692	2698	2704	2710	2716	2723	2729	2735	2742	2748	1 1 2	3 3 4	4 5 6
.44	2754	2761	2767	2773	2780	2786	2793	2799	2805	2812	1 1 2	3 3 4	4 5 6
.45	2818	2825	2831	2838	2844	2851	2858	2864	2871	2877	1 1 2	3 3 4	5 5 6
.46	2884	2891	2897	2904	2911	2917	2924	2931	2938	2944	1 1 2	3 3 4	5 5 6
.47	2951	2958	2965	2972	2979	2985	2992	2999	3006	3013	1 1 2	3 3 4	5 5 6
.48	3020	3027	3034	3041	3048	3055	3062	3069	3076	3083	1 1 2	3 4 4	5 6 6
.49	3090	3097	3015	3112	3119	3126	3133	3141	3148	3155	1 1 2	3 4 4	5 6 6

Tabla XXXVII (*continuación*)

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1 2 3	4 5 6	7 8 9
.50	3162	3170	3177	3184	3192	3199	3206	3124	3221	3228	1 1 2	3 4 4	5 6 7
.51	3236	3243	3251	3258	3266	3273	3281	3289	3296	3304	1 2 2	3 4 5	5 6 7
.52	3311	3319	3327	3334	3342	3350	3357	3365	3373	3381	1 2 2	3 4 5	5 6 7
.53	3388	3396	3404	3412	3420	3428	3436	3443	3451	3459	1 2 2	3 4 5	6 6 7
.54	3467	3475	3483	3491	3499	3508	3516	3524	3523	3540	1 2 2	3 4 5	6 6 7
.55	3548	3556	3565	3581	3573	3589	3597	3606	3614	3622	1 2 2	3 4 5	6 7 7
.56	3631	3639	3648	3656	3664	3673	3681	3690	3698	3707	1 2 3	3 4 5	6 7 8
.57	3715	3724	2733	3741	3750	3758	3767	3776	3784	3793	1 2 3	3 4 5	6 7 8
.58	3802	3811	3819	3828	3837	3846	3855	3864	3873	3882	1 2 3	4 4 5	6 7 8
.59	3890	3899	3908	3917	3926	3936	3945	3954	3963	3972	1 2 3	4 5 5	6 7 8
.60	3981	3990	3999	4009	4018	4027	4036	4046	4055	4064	1 2 3	4 5 6	6 7 8
.61	4074	4083	4093	4102	4111	4121	4130	4140	4150	4159	1 2 3	4 5 6	7 8 9
.62	4169	4178	4188	4198	4207	4217	4227	4236	4246	4256	1 2 3	4 5 6	7 8 9
.63	4266	4276	4285	4295	4305	4315	4325	4335	4345	4355	1 2 3	4 5 6	7 8 9
.64	4365	4375	4385	4395	4406	4416	4426	4436	4446	4457	1 2 3	4 5 6	7 8 9
.65	4467	4477	4487	4498	4508	4519	4529	4539	4550	4560	1 2 3	4 5 6	7 8 9
.66	4571	4581	4592	4603	4613	4624	4634	4645	4656	4667	1 2 3	4 5 6	7 9 10
.67	4677	4688	4699	4710	4721	4732	4742	4743	4764	4775	1 2 3	4 5 7	8 9 10
.68	4786	4797	4808	4819	4831	4842	4853	4864	8475	4887	1 2 3	4 6 7	8 9 10
.69	4898	4909	4920	4932	4943	4955	4966	4977	4989	5000	1 2 3	5 6 7	8 9 10
.70	5012	5023	5035	5047	5058	5070	5082	5093	5105	5117	1 2 4	5 6 7	8 9 11
.71	5129	5140	5152	5164	5176	5188	5200	5212	5224	5236	1 2 4	5 6 7	8 10 11
.72	5248	5260	5272	5284	5297	5309	5321	5333	5346	5385	1 2 4	5 6 7	9 10 11
.73	5370	5383	5395	5408	5420	5433	5445	5458	5470	5483	1 3 4	5 6 8	9 10 11
.74	5495	5508	5521	5534	5546	5559	5572	5585	5598	5610	1 3 4	5 6 8	9 10 12
.75	5623	5636	5649	5662	5675	5689	5702	5715	5728	5741	1 3 4	5 7 8	9 10 12
.76	5754	5768	5781	5794	5808	5821	5834	5848	5861	5875	1 3 4	5 7 8	9 11 12
.77	5888	5902	5916	5929	5943	5957	5970	5984	5998	6012	1 3 4	5 7 8	10 11 12
.78	6026	6039	6053	6067	6081	6095	6109	6124	6138	6152	1 3 4	6 7 8	10 11 13
.79	6166	6180	6194	6209	6223	6237	6252	6266	6281	6295	1 3 4	6 7 9	10 11 13
.80	6130	6324	6339	6353	6368	6383	6397	6412	6427	6442	1 3 4	6 7 9	10 12 13
.81	6457	6471	6486	6501	6516	6531	6546	6561	6577	6592	2 3 5	6 8 9	11 12 14
.82	6607	6622	6637	6653	6668	6683	6699	6714	6730	6745	2 3 5	6 8 9	11 12 14
.83	6761	6776	6792	6808	6823	6839	6855	6871	6887	6902	2 3 5	6 8 9	11 13 14
.84	6918	6934	6950	6966	6982	6998	7015	7031	7047	7063	2 3 5	6 8 10	11 13 15
.85	7079	7096	7112	7129	7145	7161	7178	7194	7211	7228	2 3 5	7 8 10	12 13 15
.86	7244	7261	7278	7295	7311	7328	7345	7362	7379	7396	2 3 5	7 8 10	12 13 15
.87	7413	7430	7447	7464	7482	7499	7516	7534	7551	7568	2 3 5	7 9 10	12 14 16
.88	7586	7603	7621	7638	7656	7674	7691	7709	7727	7745	2 4 5	7 9 11	12 14 16
.89	7762	7780	7798	7816	7834	7852	7870	7889	7907	7925	2 4 5	7 9 11	13 14 16
.90	7943	7962	7980	7998	8017	8035	8054	8072	8091	8110	2 4 6	7 9 11	13 15 17
.91	8128	8147	8166	8185	8204	8222	8241	8260	8279	9299	2 4 6	8 9 11	13 15 17
.92	8318	8337	8356	8375	8395	8414	8433	8453	8472	8492	2 4 6	8 10 12	14 15 17
.93	8511	8531	8551	8570	8590	8610	8630	8650	8670	8690	2 4 6	8 10 12	14 16 18
.94	8710	8730	8750	8770	8790	8810	8831	8851	8872	8892	2 4 6	8 10 12	14 16 18
.95	8913	8933	8954	8974	8995	9016	9036	9057	9078	9099	2 4 6	8 10 12	15 17 19
.96	9120	9141	9162	9183	9204	9226	9247	9268	9290	9311	2 4 6	8 11 13	15 17 19
.97	9333	9354	9376	9397	9419	9441	9462	9484	9506	9528	2 4 7	9 11 13	15 17 20
.98	9550	9572	9594	9616	9638	9661	9683	9705	9727	9750	2 4 7	9 11 13	16 18 20
.99	9772	9795	9817	9840	9863	9886	9908	9931	9954	9977	2 5 7	9 11 14	16 18 20

INDICE ALFABETICO

Abreviaturas, 234
Absorciometría, 257
Aceites de cocinado, 191
  comestibles, 14
  esenciales, 15
  y grasas, 15
  volátiles, 63
Aceite mineral, 63
  de almendra, 13
    cacahuete, 13, 181
    cereales, 13
    colza, 14
    girasol, 181
    oliva, 15
    palma, 181
    sésamo, 16
    soja, 16, 181
Acidez, 64
Acido acético, 65, 66
  ascórbico, 67
  benzoico, 68
  cítrico, 65
  fumárico, 70
  láctico, 65
  oleico, 65
  tartárico, 65
Acidos grasos, 144
    libres, 69
    volátiles, 165
Actividad enzimática, 70
  peroxidasa, 71
Aflatoxina, 71
Agar, 155, 163
Agar-Agar, 16
Agua, 191
  añadida, 72
Albúmina bruta, 180
  de huevo, 163
Alcalinidad de la ceniza, 73
Alcaravea, 17
Aldehidos, 74
Alimentos congelados, 61
  duros, 61
  ricos en grasa, 61
  sólidos, 61
Almidón, 17, 74-76, 89
Aminoácidos, 76
Análisis colorimétrico, 257-261
Antilogaritmos, 282
Antioxidantes, 77-79
Arroz, 17
Arrurrúz, 18
Arsénico, 80
Azúcar crudo, 18
  invertido, 119-120, 257
    de la miel, 81
  refinado, 18
  de repostería, 18
  soluciones de, 106
Azufre, 81

Bases volátiles totales, 82
Bebidas, 19
  no alcohólicas, 19
Benzoato sódico, 83
Betanina, 188

Cacao, 19
Cadmio, 83-85
Café, 20
  instantáneo, 20
Cafeina, 85
Calcio, 86-88
Canela, 21
Canelones, 21
Capacidad de extrusión, 88
Carbohidratos, 132
  detección de, 88
  determinación de azúcar, 89-92
Cardamomo, 21
Carne, 21, 83
  de cerdo, 125, 126
  curada, 22
  enlatada, 22, 84
  magra, 125-126
  de pollo, 23, 125
    vacuno, 191, 125, 126
Cebada, 196
Cebollas, 23
  desecadas, 23
Ceniza, 93, 215
  insoluble en ácido, 93

solubles en agua, 94
tratada con sulfúrico, 94
Cereales para desayuno, 23
Champiñones, 24, 83
Chocolate, 24, 231
Cidronela, 94
Cilantro, 24
Cinc, 95
Clavo desecado, 24
Cobre, 97
Codificación, 269-270
Colágeno, 98
Col fermentada, 25
Cola de pescado, 25
Colesterol, 99
Colorantes, 102-104
Colorimetría, 257-261
Color, 258, 108
examen del, 100
identificación de los colorantes de los alimentos, 101-105
medida del, 106-108, 262
presencia del, 109
Componentes grasos, 109
sólidos de la yema del huevo, 110
Composición en aceites esenciales, 110
en glicéridos, 111
Compresibilidad, 222
Condimentos, 25, 132
Conservadores, 112
Conserva de picadillo de frutas, 25
Contaje de partículas oscuras, 113
Contenido cárnico, 125
escurrido, 126
en alcohol, 113
azúcar, 114-116
azúcares reductores, 116-124
frutas de las naranjadas, 127
gelatina, 127
humedad, 128-132
patata, 132
pescado, 132
"Corned beef" enlatado, 191
Correspondencia de pesos y medidas, 276-277
Creatinina total, 132
Creatina, 133
Crema, 26
tártara, 133
Cromatografía, 245
ascendente, 245
en capa fina, 247
columna, 248
descendente, 246
de gases, 249-253
en papel, 245-247
Cuajada, 134
al limón, 26
Curva de titulación, 134
"Curry" en polvo, 26

Decoloración de la carne, 135
Densidad, 137, 184
final de los jarabes, 138
Desecadores, 236
Determinación de cenizas, 242
humedad, 241
nitrógeno, 243
grasa, 244
Dextrosa (glucosa), 89, 91, 118, 121, 257
Diglicéridos, 110
Dióxido de azufre, 139
carbono utilizable y total, 140
Dulces, 100

Elasticidad, 222
Embutidos, 27
Encurtidos, 27, 224
Enranciamientos, 141
Errores de análisis, 231
Esencia de limón, 28
naranja, 28
Espaguetis, 28
Especias, 29
mezcladas, 29
Espectrofotometría, 262
de llama o absorción atómica, 264
masas, 265
Estabilidad, 141
Esteres, 141, 144
Esterificación, grado de, 191
Esteroles, 110
Estructura del producto, 142
Etanol, 115
Exactitud, 234
Examen de ácidos grados, 142-144
espectrofotométrico, 145
organoléptico, 145
Extensógrafo de Brabender, 146
Extractos de carne, 29
Extracto acuoso, 146
alcohólico, 147
etéreo, 147
de vainilla (impurezas), 147

Factores de diversos ácidos, 65
Farinógrafo de Brabender, 148
Fenoles, 148
Fibra bruta, 149
Filtros espectrales Ilford, 259

FIRA "jelly tester", 155, 156, 203
"Fish Cakes", 49
Fosfatos, 150
Fosfato alcohólico, 149
Fosfolipidos, 151
Fósforo, 151-153, 161
Fracción insaponificable, 153
Frutas, 61, 138, 183, 212-213
azucaradas, 29
blandas, 30
congeladas, 30
desecadas, 30
duras, 31
enlatadas, 31
troceadas, 231
Fructosa, 89, 257

Galactosa, 89
Gelatina, 31, 127, 163, 179, 195
Gliadina, 153
Glucosa, 89
Glutén (bruto), 154
Glutenina, 154
Goma arábiga, 163
de tragacanto, 163
Grado de esterificación, 191
pardeamiento, 155
resistencia, 155
Grados Balling, 185
Beaumé, 185, 186
Brix, 138, 185
Grasa, 156-160

Harina, 191
de cebada, 32, 196
maíz, 32
repostería, 32
soja, 33
trigo, 33, 195, 196, 175
Helados, 33
Hidroxiprolina, 34, 98, 160
Hierbabuena, 34
Hierbas, 83
desecadas, 34, 191
Hinojo, 34
Hoja de laurel, 35
Huesos, 35, 98
Huevo en polvo, 35, 161
albúmina de, 163
congelado, 179, 195
Humedad relativa en equilibrio, 161

Identificación de gomas, 162
proteinas, 163
Impurezas céreas, 164
Indicadores, 239, 240
Indices de, 164-167
Kirschner, 166, 167
peróxidos, 164
Polenske, 166, 167
refracción, 165, 213, 254
Reichert, 166, 167
saponificación, 169
yodo, 164

Jabones, 169
Jalea en tabletas, 35
Jarabe de azúcar, 36
invertido, 36
dorado, 37
de glucosa, 37, 177
Judias enlatadas, 37

Karl Fisher, método de, 131

Lactosa, 89, 170, 215, 257
anhidra, 122
hidratada, 122
Leche, 38, 191
condensada edulcorada, 38
evaporada, 38
en polvo, 39
Lecitina comercial, 39
Legumbres en escabeche, 39
Levadura en polvo, 39
Levulosa, 121, 170
Ley de Beer-Lambert, 260, 261
Logaritmos, 280-281
Luff Schoorl, método de, 118-124

Macarrones, 40
Magnesio, 171
Maltosa, 89, 90, 92, 123, 257
anhidra, 123
hidratada, 123
Maltotriosa, 90, 92
Maltotetraosa, 91, 92
Manosa, 89
Manteca, 181
de cacao, 40
cerdo, 40
coco, presencia de, 149
Mantequilla, 40, 191
Mariscos, 171, 191
Margarina, 191
Material de relleno, 172
Materia sólida, contenido en, 172
Mayonesa ligera, 41
Medidores eléctricos de humedad, 242
Melazas, 42

Mercurio, 173-175
Mermeladas, 42, 65,
(de naranjas amargas), 42
Metamioglobina, 137
Métodos preparativos, 61
Microscopía, 175-177
Miel, 43
adulteraciones, 177
Mioglobina, 137
Monoglicéridos, 43, 110, 144
Mostaza, 44
preparada, 44
Muestras emparejadas, comparaciones entre, 271

Naranjadas, 44
Natillas, en polvo, 45
Nitritos, 177
Nitrógeno, 178
no proteico, 179
soluble en agua, 180
Nitrosomioglobina, 137
Nivel de oxidación, 180
oximioglobina, 180
Nueces, 45

Pan, 45, 125, 191
Pardeamiento, grado de, 155
Pasta, 45
Pastas de pescado, 46, 100
Patatas, 46
fritas crujientes, 46
Papel de filtro Whatman, 237
Pectina, 181
Pérdida de cocción, 182
Pesadas, 236
Pescado, 47, 175, 191
enlatado, 47, 83, 175, 191
Peso cocido, 201
escurrido, 182
específico, 115, 184-186
neto, 187
Pesos atómicos, 178-179
pH, 187
Picnómetro, 184
Pigmento, 188
Pimienta, 47
húngara, 48
Pimiento, 48
Plomo, 189-191
Polarimetría, 256
Polarografía, 266
Poliuronia total, 192
Postre de gelatina, 48
Potasio, 192-194
Prefijos decimales, 277
Prensa de cizalla "Kramer", 233
Productos cárnicos, 49, 100, 201
enlatados, 61
de repostería, 50
la soja, 195
Proteína, 195, 215
de la leche, 179, 195
en general, 175, 195
de patata, 132
pescado, 132
trigo, 163
Prueba "Back extrusión", 220
de cizalla de "Warner Bratzller", 225
degustación, 269
la fritura, 196
Kreis Kerr, 141
penetración "Magness Taylor", 224
del yunque de compresión, 221
Pudín de leche, 50, 231
Punto de ascenso, 197
fusión, 197
incipiente, 197
Puré de tomate, 50

Queso, 51, 191, 231
Quinina, 197

Reflectancia, 135
Refractometría, 254-256
Refractómetro de Abbé, 129, 165, 254
Relación nitrato/nitrito, 198-201
peso cocido/pérdida de cocción, 201
Relajación a la presión, 202
Remolacha, 188, 224
guisada, 51
Resistencia Bloom, 203
de la gelatina, 203
Resonancia magnética nuclear, 266
Rotación específica, 257
óptica, 206

Sacarina, 204
Sacarosa, 89, 129, 257, 206
Sal, 51, 207-209
Salmueras, 51
Salsa, 51
de menta, 52
rábano picante, 52
Salvia, 53
"Sandwich spread", 53
Sebo, 54
en rama, 232, 233
Separación a contracorriente, 267

Sodio, 209
Sólidos insolubles, 210, 211, 212
no grasos de la leche, 215
secos, 216
solubles, 210, 211-215
en agua, 10
totales, 129, 216
Solubilidad, 216
Solución de Fehling A y B, 116-117
Wiji, 164
Soluciones de azúcar, 106
patrones, 239
saturadas, 162
Sopas, 54
Sopa desecada, 54
Sulfitos, detección de, 217
Sulfuros, 217
Sustancias solubles en acetona, 218

Tamaño medio, 218
Tanino, 219
Té, 55, 191
instantáneo, 55
Términos descriptivos, 273, 275
Textura, 220-226
medida de la, 267
Texturómetro Instron, 220-226
Tiempo de retención, 250
Toma de muestras, 231
Tomillo desecado, 55
Triglicéridos, 110
Trigo, 196

Unidades base en el sistema "SI", 278

Vainilla, 56
Valores tristimulus, 262
Verduras, 61, 183, 191
congeladas, 56, 191
deshidratadas, 56
enlatadas, 57, 100, 191
Vinagre, 57
Vísceras, 125
Volumen de retención, 250
específico, 250
relativo, 250

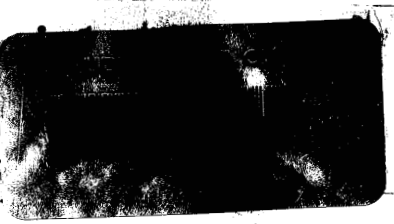
Yodo, 226

Zumos de frutas, 58
enlatadas, 191

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
OMNIUM POTENTIOR EST SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
POTENTIOR EST
OMNIUM
SAPIENTIA
FUNDADA EN 1620
QUITO

Otras obras de Edito
sobre CIENCIA Y T
DE LOS ALIM



Amerine, M. A., y Ough, C. S.
ANÁLISIS DE VINOS Y MOSTOS

Bender, A. A.
NUTRICIÓN Y ALIMENTOS DIETÉTICOS

Brennan, Butters, Cowell, Lilly
LAS OPERACIONES DE LA INGENIERÍA DE LOS ALIMENTOS

Cheftel y Besancon
INTRODUCCIÓN A LA BIOQUÍMICA Y A LA TECNOLOGÍA DE LOS ALIMENTOS

Frazier, W. C.
MICROBIOLOGÍA DE LOS ALIMENTOS

Günther, H. O.
MÉTODOS MODERNOS PARA EL ANÁLISIS QUÍMICO DE LA CARNE Y LOS PRODUCTOS CÁRNICOS

Hart/Fisher
ANÁLISIS MODERNOS DE LOS ALIMENTOS

Hawthorn, J.
FUNDAMENTOS DE CIENCIA DE LOS ALIMENTOS

Lindner, E.
TOXICOLOGÍA DE LOS ALIMENTOS

Lück, E.
CONSERVACIÓN QUÍMICA DE ALIMENTOS

Maier, H. G.
MÉTODOS MODERNOS DE ANÁLISIS DE ALIMENTOS
(Métodos electroquímicos y enzimáticos)

Muller, H. P.
INTRODUCCIÓN A LA REOLOGÍA DE LOS ALIMENTOS

Pearson, D.
TÉCNICAS DE LABORATORIO EN EL ANÁLISIS DE ALIMENTOS

Salfield, J. R.
PRÁCTICAS DE CIENCIA DE LOS ALIMENTOS

Wallis, T. E.
MICROSCOPÍA ANALÍTICA

Webb, F. C.
INGENIERÍA BIOQUÍMICA

Editorial ACRIBIA - Apartado 466 - ZARAGOZA (España)

R. LEES

ANALISIS DE LOS ALIMENTOS

METODOS ANALITICOS Y DE CONTROL DE CALIDAD

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ECUADOR
FUNDADA EN 1620
QUITO

EDITORIAL ACRIBIA