

379L0796

N° L 239/24

Diario Oficial de las Comunidades Europeas

22. 9. 79

PRIMERA DIRECTIVA DE LA COMISIÓN

de 26 de julio de 1979

que fija los métodos de análisis comunitarios para el control de ciertos azúcares destinados al consumo humano

(79/796/CEE)

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Vista la Directiva 74/437/CEE del Consejo, de 11 de diciembre de 1973, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre ciertos azúcares destinados al consumo humano ⁽¹⁾, y en particular, su artículo 11,

Considerando que el artículo 11 de la mencionada Directiva establece que la composición de ciertos azúcares se controlará según los métodos de análisis comunitarios;

Considerando que conviene adoptar inicialmente aquellos métodos de análisis cuyo estudio haya sido completado;

Considerando que el método de determinación del tipo de color del azúcar o azúcar blanco y del azúcar refinado a azúcar blanco refinado, el método de determinación de las cenizas conductimétricas en el azúcar refinado o azúcar blanco refinado, en el azúcar líquido, en el azúcar líquido invertido, en el jarabe de azúcar invertido, y el método de determinación de la coloración de la solución de azúcar refinado o azúcar blanco refinado y del azúcar líquido se fijan en el Anexo de la Directiva 73/437/CEE;

Considerando por otra parte que, entretanto se ponen a punto otros métodos comunitarios para la determinación de los azúcares reductores, es aconsejable, dejar a los Estados miembros la facultad de seguir autorizando la utilización del método Lane y Eynon (métodos 7 y 8 de los números III.3 y III.4 del anexo II) en lugar del método Luff-Schoorl (método 6 de los números III.3 y III.4 del anexo II);

Considerando que los métodos de análisis que figuran en la presente Directiva son conformes con el dictámen del Comité permanente de productos alimenticios,

Artículo 1

1. Los Estados miembros exigirán que los análisis necesarios para verificar los criterios indicados en el Anexo I se efectúen según los métodos descritos en el Anexo II de la presente Directiva.

2. Sin perjuicio de lo dispuesto en el párrafo segundo, el método Luff-Schoorl (método 6 del Anexo II) se utilizará para la determinación de los azúcares reductores en los azúcares siguientes:

- azúcar líquido,
- azúcar blanco líquido,
- azúcar líquido invertido,
- azúcar blanco líquido invertido,
- jarabe de azúcar invertido,
- jarabe de azúcar blanco invertido,
- jarabe de glucosa,
- jarabe de glucosa deshidratado,
- dextrosa monohidratada,
- dextrosa anhidra.

No obstante, los Estados miembros podrán exigir en su territorio la aplicación del método Lane y Eynon (métodos 7 y/o 8 del Anexo II) para determinar los azúcares reductores en uno o varios de los azúcares citados más arriba.

3. En el caso en que un Estado miembro haga uso de la facultad prevista en el segundo párrafo del apartado 2, informará inmediatamente a la Comisión y a los demás Estados miembros.

Artículo 2

Los Estados miembros aplicarán las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas necesarias para cumplir la presente Directiva a más tardar dieciocho meses después de

(¹) DO n° L 356 de 27. 12. 1973, pp. 71.

su notificación, e informarán de ello inmediatamente a la Comisión.

Hecho en Bruselas, el 26 de julio de 1979.

Artículo 3

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

Por la Comisión

Étienne DAVIGNON

Miembro de la Comisión

ANEXO I

**ÁMBITO DE APLICACIÓN DE LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS COMUNITARIOS RELATIVOS A
CIERTOS AZÚCARES DESTINADOS AL CONSUMO HUMANO**

- I. Determinación de la pérdida de masa por desecación en:
- el azúcar semiblanco
 - el azúcar o azúcar blanco
 - el azúcar refinado o azúcar refinado blanco
- } (método 1 Anexo II)
- II. Determinación de la materia seca en:
- II.1 — el jarabe de glucosa
- el jarabe de glucosa deshidratado
 - la dextrosa monohidratada
 - la dextrosa anhidra
- } (método 2 Anexo II)
- II.2 — el azúcar líquido o azúcar blanco líquido
- el azúcar líquido invertido o azúcar blanco líquido invertido
 - el jarabe de azúcar invertido o jarabe de azúcar blanco invertido
- } (método 3 Anexo II)
- III. Determinación de los azúcares reductores en:
- III.1 — el azúcar semiblanco
- (método 4 Anexo II)
- III.2 — el azúcar o azúcar blanco
- el azúcar refinado o azúcar blanco refinado
- } (método 5 Anexo II)
- III.3 = el azúcar líquido
- el azúcar blanco líquido
 - el azúcar líquido invertido
 - el azúcar blanco líquido invertido
 - el jarabe de azúcar invertido
 - el jarabe de azúcar blanco invertido
- } (método 6 o método 7 Anexo II)
- III.4 — el jarabe de glucosa
- el jarabe de glucosa deshidratado
 - la dextrosa monohidratada
 - la dextrosa anhidra
- } (método 6 o método 8 Anexo II)
- IV. Determinación de las cenizas sulfatadas en:
- el jarabe de glucosa
 - el jarabe de glucosa deshidratado
 - la dextrosa monohidratada
 - la dextrosa anhidra
- } (método 9 Anexo II)
- V. Determinación del poder rotatorio:
- del azúcar semiblanco
 - del azúcar o azúcar blanco
 - del azúcar refinado o azúcar blanco refinado
- } (método 10 Anexo II)

ANEXO II

MÉTODOS DE ANÁLISIS RELATIVOS AL CONTROL DE LA COMPOSICIÓN DE CIERTOS AZÚCARES DESTINADOS AL CONSUMO HUMANO

INTRODUCCIÓN

1. Preparación de la muestra para el análisis

Mézclase perfectamente la muestra recibida en el laboratorio.

Extrágase una porción de 200 g como mínimo e introdúzcase inmediatamente en un recipiente seco provisto de un cierre hermético.

2. Reactivos y equipo

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

Por otra parte, cuando se menciona el agua, se tratará siempre de agua destilada o de agua desmineralizada de pureza como mínimo equivalente. Todos los reactivos deberán ser de calidad analítica, salvo que se especifique lo contrario.

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

3. Expresión de los resultados

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

Salvo disposiciones particulares, los resultados se expresarán en porcentaje (m/m) de la muestra en el estado en que llegó al laboratorio. El resultado no deberá llevar más significativas que las que permita la precisión del método.

MÉTODO 1

DETERMINACIÓN DE LA PÉRDIDA DE MASA POR DESECACIÓN

1. Objeto y ámbito de aplicación

El método permite determinar la pérdida de masa por desecación:

- del azúcar semiblanco,
- del azúcar o del azúcar blanco,
- del azúcar refinado o del azúcar blanco refinado.

2. Definición

«Pérdida de masa por desecación»: el valor de la pérdida de masa por desecación determinado por aplicación del método más abajo descrito.

3. Principio

La pérdida de masa por desecación se determinará a una temperatura de 103 ± 2 °C.

4. Equipo

- 4.1. Balanza analítica, precisión 0,1 mg.
- 4.2. Horno adecuadamente ventilado y regulado por termostato que asegure una temperatura constante de 103 ± 2 °C.
- 4.3. Recipiente de metal de fondo plano (inatacable por las muestras y las condiciones del análisis) de un diámetro mínimo de 100 mm y de una altura mínima de 30 mm.

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

5. **Procedimiento**

NB: Las operaciones descritas en los números 5.3 a 5.7 deberán efectuarse inmediatamente después de abrir los recipientes que contengan las muestras.

- 5.1. Secar el recipiente (4.3) en el horno (4.2) a $103 \pm 2^\circ \text{C}$ hasta masa constante.
- 5.2. Dejar enfriar el recipiente en el desecador (4.4) durante un mínimo de 30 a 35 minutos y pesar con una precisión de 0,1 mg.
- 5.3. Pesar con una precisión de 0,1 mg en el recipiente, entre 20 y 30 gr de la muestra.
- 5.4. Poner el recipiente en el horno (4.2) y a continuación mantenerlo durante tres horas a una temperatura de $103 \pm 2^\circ \text{C}$.
- 5.5. Dejar enfriar el recipiente en el desecador (4.4) y pesar con una precisión de 0,1 mg.
- 5.6. Colocar de nuevo el recipiente en el horno (4.2) a $103 \pm 2^\circ \text{C}$. Dejar enfriar en el desecador (4.4) y pesar con una precisión de 0,1 mg. Repetir esta operación si la diferencia entre dos pesadas sucesivamente es superior a 1 mg. En la hipótesis de un aumento de masa, se retendrá para el cálculo la mas baja de las cifras registradas.
- 5.7. El tiempo total de secado no deberá ser superior a cuatro horas.

6. **Expresión de los resultados**

6.1. *Fórmula y cálculo de los resultados*

La pérdida de masa por desecación, en porcentaje de la masa de la muestra, vendrá dada por la fórmula siguiente:

$$\frac{(m_0 - m_1)}{m_0} \times 1000$$

donde

m_0 = masa inicial, en gramos, de la muestra analizada después de secada.

6.2. *Repetibilidad*

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

MÉTODO 2

DETERMINACIÓN DE LA MATERIA SECA

(por desecación en vacío)

1. **Objeto y ámbito de aplicación**

El método permite determinar el contenido en materia seca de:

- el jarabe de glucosa,
- el jarabe de glucosa deshidratada,
- la dextrosa monohidratada,
- la dextrosa anhidra.

2. **Definición**

« Contenido en materia seca »: el contenido en materia seca determinado por aplicación del método que se describe a continuación.

3. Principio

El contenido en materia seca se determinará mediante un horno de desecación en vacío a una presión no superior a 3,3 kPa (34mbar) y a una temperatura de $70 \pm 1^\circ \text{C}$, en el que se introducirá una determinada cantidad de muestra diluida y mezclada con tierra de diatomeas en el caso del jarabe de glucosa y del jarabe de glucosa deshidratada.

4. Reactivos

- 4.1. Tierra de diatomeas: colóquese en un embudo Büchner y purifíquese mediante sucesivos lavados con ácido clorhídrico diluido (1 ml de ácido concentrado, densidad a $20^\circ \text{C} = 1,19 \text{ g/ml}$ por litro de agua). Se habrá completado el tratamiento cuando las aguas de lavado permanezcan definitivamente ácidas. Continúese el lavado con agua hasta que el pH de las aguas filtradas sea superior a 4. Séquese en el horno a una temperatura estable de $103 \pm 2^\circ \text{C}$ y consérvase el polvo blanco obtenido en un recipiente herméticamente cerrado.

5. Equipo

- 5.1. *Horno de desecación en vacío* provisto de termostato para ajuste automático de la temperatura, termómetro y manómetro de vacío. El horno deberá estar diseñado de modo que asegure un traspaso rápido del calor a los recipientes colocados en las bandejas portamuestra.
- 5.2. *Tren de secado del aire de circulación* integrado por una columna de cristal llena de gel de sílice recién activado o de un agente deshidratante equivalente y provista de un indicador de humedad. Dicha columna estará colocada en serie con un depurador de gasógeno que contenga ácido sulfúrico concentrado y que esté conectado a la entrada de aire del horno.
- 5.3. *Bomba de vacío* capaz de mantener en el horno una presión igual o inferior a 3,3 kPa (34 mbar.).
- 5.4. *Recipiente de metal de fondo plano*, inatacable por las muestras y las condiciones del análisis, de un diámetro mínimo de 100 mm y de una altura mínima de 30 mm.
- 5.5. *Varilla de cristal* lo suficientemente larga, para que no pueda caer el recipiente.
- 5.6. *Desecador* lleno de gel de sílice recién activado o de un deshidratante equivalente, y provisto de un indicador de humedad.
- 5.7. *Balanza analítica*, precisión 0,1 mg.

6. Procedimiento

- 6.1. Verter alrededor de 30 mg de tierra de diatomeas (4.1) en un recipiente (5.4) provisto de una varilla de cristal (5.5). Colocar todo en el horno (5.1) a $70 \pm 1^\circ \text{C}$ y reducir la presión a 3,3 kPa (34 mbar) o a un valor inferior. Secar durante un tiempo mínimo de cinco horas dejando penetrar una lenta corriente de aire a través del tren de secado. Verificar de vez en cuando la presión si es necesario.
- 6.2. Restablecer la presión atmosférica en el horno aumentando prudentemente el caudal de la corriente de aire. Colocar inmediatamente el recipiente con la varilla de cristal en el desecador (5.6). Dejar enfriar y pesar.
- 6.3. Pesar 10 g aproximadamente de la muestra que se vaya a analizar en un vaso de precipitados de 100 ml con una precisión de 1 mg.
- 6.4. Diluir la muestra con 10 ml de agua caliente y trasvasar cuantitativamente la solución al recipiente (5.4) sirviéndose de la varilla (5.5) y enjuagando tres veces con 5 ml de agua caliente. Mezclar con mucho cuidado.
- 6.5. Colocar el recipiente que contenga la muestra y la varilla de cristal en el horno y reducir la presión a 3,3 kPa (34 mbar), o a un valor inferior. Secar a $70 \pm 1^\circ \text{C}$, haciendo circular por el horno una lenta corriente de aire seco.

La duración total de la operación de secado será de 20 horas, pero dicha operación deberá conducirse de tal manera que la desecación se encuentre ya muy avanzada hacia el final del primer día. Deberá mantenerse en funcionamiento la bomba de vacío a la presión prevista, dejando penetrar una lenta corriente de aire seco con objeto de mantener durante la noche una presión de alrededor de 3,3 kPa (34 mbar), o menos.

- 6.6. Restablecer la presión atmosférica en el horno aumentando cuidadosamente el caudal de la corriente de aire seco. Colocar inmediatamente el recipiente en el desecador. Dejar enfriar y pesar.
- 6.7. Continuar la operación (6.5) durante 4 horas más. A continuación restablecer la presión en el horno y colocar inmediatamente el recipiente en el desecador. Dejar enfriar y pesar. Verificar si la masa obtenida es constante. Se considerará que lo es si la diferencia entre las dos pesadas del mismo recipiente no excede de 2 mg. Si la diferencia sobrepasare este límite, repítase la operación 6.7.

6.8 Para determinar el contenido en materia seca de la dextrosa monohidratada y de la dextrosa anhidra sígase el procedimiento descrito en los números 6.1 a 6.7 pero sin utilizar la tierra de diatomeas ni el agua.

7. Expresión de los resultados

7.1. Fórmula y cálculo de los resultados

El contenido en materia seca, expresado en porcentaje de la masa de la muestra vendrá dado por la siguiente fórmula:

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

donde m_0 = la masa inicial, en gramos, de la muestra analizada,

m_1 = la masa, en gramos, del recipiente más la tierra de diatomeas, la varilla de vidrio y el residuo de la muestra analizada, después de secada,

m_2 = la masa, en gramos, del recipiente más la tierra de diatomeas y la varilla.

7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultáneamente en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra, no deberá sobrepasar los 0,12 g por cada 100 g de muestra.

MÉTODO 3

DETERMINACIÓN DE LA MATERIA SECA TOTAL

(por refractometría)

1. Objeto y ámbito de aplicación

El método permite determinar el contenido en materia seca de:

- el azúcar líquido,
- el azúcar blanco líquido,
- el azúcar líquido invertido,
- el azúcar blanco líquido invertido,
- el jarabe de azúcar invertido,
- al jarabe de azúcar blanco invertido.

2. Definición

« Contenido en materia seca »: el contenido en materia seca determinado por aplicación del método que se describe a continuación.

3. Principio

El índice de refracción de la muestra se determinará a 20 °C y se transformará en materia seca por referencia a las tablas de conversión adjuntas, que establecen la concentración en función del índice de refracción.

4. Equipo

- 4.1. Refractómetro con una precisión de lectura del índice de refracción del cuarto decimal, provisto de un termómetro y de una bomba de agua conectada a un baño María controlado por termostato, de forma que la temperatura se mantenga a $20 \pm 0,5^\circ \text{C}$.
- 4.2. Fuente luminosa consistente en una lámpara de vapor de sodio.

5. Procedimiento

- 5.1. Si hubiere cristales en la muestra, disuélvanse diluyendo la muestra en la proporción 1 : 1 (m/m).
- 5.2. Medir el índice de refracción de la muestra a 20 °C en el refractómetro (4.1).

6. de los resultados

6.1. Cálculo de los resultados

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

6.2. Si la muestra hubiere sido diluida con agua en la proporción 1:1 (m/m), el contenido en materia seca calculado deberá multiplicarse por 2.

6.3. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas, efectuadas simultáneamente en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra, no deberá sobrepasar los 0,2 g por cada 100 g de muestra.

TABLAS DE REFERENCIA

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

n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)
1,3330	0,009	1,3365	2,436	1,3400	4,821	1,3435	7,164	1,3470	9,466
1,3331	0,078	1,3366	2,505	1,3401	4,888	1,3436	7,230	1,3471	9,531
1,3332	0,149	1,3367	2,574	1,3402	4,956	1,3437	7,296	1,3472	9,596
1,3333	0,218	1,3368	2,642	1,3403	5,023	1,3438	7,362	1,3473	9,661
1,3334	0,288	1,3369	2,711	1,3404	5,091	1,3439	7,429	1,3474	9,726
1,3335	0,358	1,3370	2,779	1,3405	5,158	1,3440	7,495	1,3475	9,791
1,3336	0,428	1,3371	2,848	1,3406	5,225	1,3441	7,561	1,3476	9,856
1,3337	0,498	1,3372	2,917	1,3407	5,293	1,3442	7,627	1,3477	9,921
1,3338	0,567	1,3373	1,985	1,3408	5,360	1,3443	7,693	1,3478	9,986
1,3339	0,637	1,3374	3,053	1,3409	5,427	1,3444	7,759	1,3479	10,051
1,3340	0,707	1,3375	3,122	1,3410	5,494	1,3445	7,825	1,3480	10,116
1,3341	0,776	1,3376	3,190	1,3411	5,562	1,3446	7,891	1,3481	10,181
1,3342	0,846	1,3377	3,259	1,3412	5,629	1,3447	7,957	1,3482	10,246
1,3343	0,915	1,3378	3,327	1,3413	5,696	1,3448	8,023	1,3483	10,311
1,3344	0,985	1,3379	3,395	1,3414	5,763	1,3449	8,089	1,3484	10,375
1,3345	1,054	1,3380	3,463	1,3415	5,830	1,3450	8,155	1,3485	10,440
1,3346	1,124	1,3381	3,532	1,3416	5,897	1,3451	8,221	1,3486	10,505
1,3347	1,193	1,3382	3,600	1,3417	5,964	1,3452	8,287	1,3487	10,570
1,3348	1,263	1,3383	3,668	1,3418	6,031	1,3453	8,352	1,3488	10,634
1,3349	1,332	1,3384	3,736	1,3419	6,098	1,3454	8,418	1,3489	10,699
1,3350	1,401	1,3385	3,804	1,3420	6,165	1,3455	8,484	1,3490	10,763
1,3351	1,470	1,3386	3,872	1,3421	6,231	1,3456	8,550	1,3491	10,828
1,3352	1,540	1,3387	3,940	1,3422	6,298	1,3457	8,615	1,3492	10,892
1,3353	1,609	1,3388	4,008	1,3423	6,365	1,3458	8,681	1,3493	10,957
1,3354	1,678	1,3389	4,076	1,3424	6,432	1,3459	8,746	1,3494	11,021
1,3355	1,747	1,3390	4,144	1,3425	6,498	1,3460	8,812	1,3495	11,086
1,3356	1,816	1,3391	4,212	1,3426	6,565	1,3461	8,878	1,3496	11,150
1,3357	1,885	1,3392	4,279	1,3427	6,632	1,3462	8,943	1,3497	11,215
1,3358	1,954	1,3393	4,347	1,3428	6,698	1,3463	9,008	1,3498	11,279
1,3359	2,023	1,3394	4,415	1,3429	6,765	1,3464	9,074	1,3499	11,343
1,3360	2,092	1,3395	4,483	1,3430	6,831	1,3465	9,139	1,3500	11,407
1,3361	2,161	1,3396	4,550	1,3431	6,898	1,3466	9,205	1,3501	11,472
1,3362	2,230	1,3397	4,618	1,3432	6,964	1,3467	9,270	1,3502	11,536
1,3363	2,299	1,3398	4,686	1,3433	7,031	1,3468	9,335	1,3503	11,600
1,3364	2,367	1,3399	4,753	1,3434	7,097	1,3469	9,400	1,3504	11,664

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

n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)
1,3505	11,728	1,3560	15,207	1,3615	18,595	1,3670	21,896	1,3725	25,114
1,3506	11,792	1,3561	15,269	1,3616	18,655	1,3671	21,955	1,3726	25,172
1,3507	11,856	1,3562	15,332	1,3617	18,716	1,3672	22,014	1,3727	25,230
1,3508	11,920	1,3563	15,394	1,3618	18,777	1,3673	22,073	1,3728	25,287
1,3509	11,984	1,3564	15,456	1,3619	18,837	1,3674	22,132	1,3729	25,345
1,3510	12,048	1,3565	15,518	1,3620	18,898	1,3675	22,192	1,3730	25,403
1,3511	12,112	1,3566	15,581	1,3621	18,959	1,3676	22,251	1,3731	25,460
1,3512	12,176	1,3567	15,643	1,3622	19,019	1,3677	22,310	1,3732	25,518
1,3513	12,240	1,3568	15,705	1,3623	19,080	1,3678	22,369	1,3733	25,576
1,3514	12,304	1,3569	15,767	1,3624	19,141	1,3679	22,428	1,3734	25,633
1,3515	12,368	1,3570	15,829	1,3625	19,201	1,3680	22,487	1,3735	25,691
1,3516	12,431	1,3571	15,891	1,3626	19,262	1,3681	22,546	1,3736	25,748
1,3517	12,495	1,3572	15,953	1,3627	19,322	1,3682	22,605	1,3737	25,806
1,3518	12,559	1,3573	16,016	1,3628	19,382	1,3683	22,664	1,3738	25,863
1,3519	12,623	1,3574	16,078	1,3629	19,443	1,3684	22,723	1,3739	25,921
1,3520	12,686	1,3575	16,140	1,3630	19,503	1,3685	22,781	1,3740	25,978
1,3521	12,750	1,3576	16,201	1,3631	19,564	1,3686	22,840	1,3741	26,035
1,3522	12,813	1,3577	16,263	1,3632	19,624	1,3687	22,899	1,3742	26,093
1,3523	12,877	1,3578	16,325	1,3633	19,684	1,3688	22,958	1,3743	26,150
1,3524	12,940	1,3579	16,387	1,3634	19,745	1,3689	23,017	1,3744	26,207
1,3525	13,004	1,3580	16,449	1,3635	19,805	1,3690	23,075	1,3745	26,265
1,3526	13,067	1,3581	16,511	1,3636	19,865	1,3691	23,134	1,3746	26,322
1,3527	13,131	1,3582	16,573	1,3637	19,925	1,3692	23,193	1,3747	26,379
1,3528	13,194	1,3583	16,634	1,3638	19,985	1,3693	23,251	1,3748	26,436
1,3529	13,258	1,3584	16,696	1,3639	20,045	1,3694	23,310	1,3749	26,493
1,3530	13,321	1,3585	16,758	1,3640	20,106	1,3695	23,369	1,3750	26,551
1,3531	13,384	1,3586	16,819	1,3641	20,166	1,3696	23,427	1,3751	26,608
1,3532	13,448	1,3587	16,881	1,3642	20,226	1,3697	23,486	1,3752	26,665
1,3533	13,511	1,3588	16,943	1,3643	20,286	1,3698	23,544	1,3753	26,722
1,3534	13,574	1,3589	17,004	1,3644	20,346	1,3699	23,603	1,3754	26,779
1,3535	13,637	1,3590	17,066	1,3645	20,406	1,3700	23,661	1,3755	26,836
1,3536	13,700	1,3591	17,127	1,3646	20,466	1,3701	23,720	1,3756	26,893
1,3537	13,763	1,3592	17,189	1,3647	20,525	1,3702	23,778	1,3757	26,950
1,3538	13,826	1,3593	17,250	1,3648	20,585	1,3703	23,836	1,3758	27,007
1,3539	13,890	1,3594	17,311	1,3649	20,645	1,3704	23,895	1,3759	27,064
1,3540	13,953	1,3595	17,373	1,3650	20,705	1,3705	23,953	1,3760	27,121
1,3541	14,016	1,3596	17,434	1,3651	20,765	1,3706	24,011	1,3761	27,178
1,3542	14,079	1,3597	17,496	1,3652	20,825	1,3707	24,070	1,3762	27,234
1,3543	14,141	1,3598	17,557	1,3653	20,884	1,3708	24,128	1,3763	27,291
1,3544	14,204	1,3599	17,618	1,3654	20,944	1,3709	24,186	1,3764	27,348
1,3545	14,267	1,3600	17,679	1,3655	21,004	1,3710	24,244	1,3765	27,405
1,3546	14,330	1,3601	17,741	1,3656	21,063	1,3711	24,302	1,3766	27,462
1,3547	14,393	1,3602	17,802	1,3657	21,123	1,3712	24,361	1,3767	27,518
1,3548	14,456	1,3603	17,863	1,3658	21,183	1,3713	24,419	1,3768	27,575
1,3549	14,518	1,3604	17,924	1,3659	21,242	1,3714	24,477	1,3769	27,632
1,3550	14,581	1,3605	17,985	1,3660	21,302	1,3715	24,535	1,3770	27,688
1,3551	14,644	1,3606	18,046	1,3661	21,361	1,3716	24,593	1,3771	27,745
1,3552	14,707	1,3607	18,107	1,3662	21,421	1,3717	24,651	1,3772	27,802
1,3553	14,769	1,3608	18,168	1,3663	21,480	1,3718	24,709	1,3773	27,858
1,3554	14,832	1,3609	18,229	1,3664	21,540	1,3719	24,767	1,3774	27,915
1,3555	14,894	1,3610	18,290	1,3665	21,599	1,3720	24,825	1,3775	27,971
1,3556	14,957	1,3611	18,351	1,3666	21,658	1,3721	24,883	1,3776	28,028
1,3557	15,019	1,3612	18,412	1,3667	21,718	1,3722	24,941	1,3777	28,084
1,3558	15,082	1,3613	18,473	1,3668	21,777	1,3723	24,998	1,3778	28,141
1,3559	15,144	1,3614	18,534	1,3669	21,836	1,3724	25,056	1,3779	28,197

n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)
1,3780	28,253	1,3835	31,317	1,3890	34,310	1,3945	37,233	1,4000	40,091
1,3781	28,310	1,3836	31,372	1,3891	34,363	1,3946	37,286	1,4001	40,142
1,3782	28,366	1,3837	31,428	1,3892	34,417	1,3947	37,338	1,4002	40,194
1,3783	28,422	1,3838	31,482	1,3893	34,471	1,3948	37,381	1,4003	40,245
1,3784	28,479	1,3839	31,537	1,3894	34,524	1,3949	37,443	1,4004	40,296
1,3785	28,535	1,3840	31,592	1,3895	34,578	1,3950	37,495	1,4005	40,348
1,3786	28,591	1,3841	31,647	1,3896	34,632	1,3951	37,548	1,4006	40,399
1,3787	28,648	1,3842	31,702	1,3897	34,685	1,3952	37,600	1,4007	40,450
1,3788	28,704	1,3843	31,757	1,3898	34,739	1,3953	37,653	1,4008	40,501
1,3789	28,760	1,3844	31,812	1,3899	34,793	1,3954	37,705	1,4009	40,553
1,3790	28,816	1,3845	31,867	1,3900	34,846	1,3955	37,757	1,4010	40,604
1,3791	28,872	1,3846	31,922	1,3901	34,900	1,3956	37,810	1,4011	40,655
1,3792	28,928	1,3847	31,976	1,3902	34,953	1,3957	37,862	1,4012	40,706
1,3793	28,984	1,3848	32,031	1,3903	35,007	1,3958	37,914	1,4013	40,757
1,3794	29,040	1,3849	32,086	1,3904	35,060	1,3959	37,967	1,4014	40,808
1,3795	29,096	1,3850	32,140	1,3905	35,114	1,3960	38,019	1,4015	40,860
1,3796	29,152	1,3851	32,195	1,3906	35,167	1,3961	38,071	1,4016	40,911
1,3797	29,208	1,3852	32,250	1,3907	35,220	1,3962	38,123	1,4017	40,962
1,3798	29,264	1,3853	32,304	1,3908	35,274	1,3963	38,175	1,4018	41,013
1,3799	29,320	1,3854	32,359	1,3909	35,327	1,3964	38,228	1,4019	41,064
1,3800	29,376	1,3855	32,414	1,3910	35,380	1,3965	38,280	1,4020	41,115
1,3801	29,432	1,3856	32,468	1,3911	35,434	1,3966	38,332	1,4021	41,166
1,3802	29,488	1,3857	32,523	1,3912	35,487	1,3967	38,384	1,4022	41,217
1,3803	29,544	1,3858	32,577	1,3913	35,540	1,3968	38,436	1,4023	41,268
1,3804	29,600	1,3859	32,632	1,3914	35,593	1,3969	38,488	1,4024	41,318
1,3805	29,655	1,3860	32,686	1,3915	35,647	1,3970	38,540	1,4025	41,369
1,3806	29,711	1,3861	32,741	1,3916	35,700	1,3971	38,592	1,4026	41,420
1,3807	29,767	1,3862	32,795	1,3917	35,753	1,3972	38,644	1,4027	41,471
1,3808	29,823	1,3863	32,849	1,3918	35,806	1,3973	38,696	1,4028	41,522
1,3809	29,878	1,3864	32,904	1,3919	35,859	1,3974	38,748	1,4029	41,573
1,3810	29,934	1,3865	32,958	1,3920	35,912	1,3975	38,800	1,4030	41,623
1,3811	29,989	1,3866	33,013	1,3921	35,966	1,3976	38,852	1,4031	41,674
1,3812	30,045	1,3867	33,067	1,3922	36,019	1,3977	38,904	1,4032	41,725
1,3813	30,101	1,3868	33,121	1,3923	36,072	1,3978	38,955	1,4033	41,776
1,3814	30,156	1,3869	33,175	1,3924	36,125	1,3979	39,007	1,4034	41,826
1,3815	30,212	1,3870	33,230	1,3925	36,178	1,3980	39,059	1,4035	41,877
1,3816	30,267	1,3871	33,284	1,3926	36,231	1,3981	39,111	1,4036	41,928
1,3817	30,323	1,3872	33,338	1,3927	36,284	1,3982	39,163	1,4037	41,978
1,3818	30,378	1,3873	33,392	1,3928	36,337	1,3983	39,214	1,4038	42,029
1,3819	30,434	1,3874	33,446	1,3929	36,389	1,3984	39,266	1,4039	42,080
1,3820	30,489	1,3875	33,500	1,3930	36,442	1,3985	39,318	1,4040	42,130
1,3821	30,544	1,3876	33,555	1,3931	36,495	1,3986	39,370	1,4041	42,181
1,3822	30,600	1,3877	33,609	1,3932	36,548	1,3987	39,421	1,4042	42,231
1,3823	30,655	1,3878	33,663	1,3933	36,601	1,3988	39,473	1,4043	42,282
1,3824	30,711	1,3879	33,717	1,3934	36,654	1,3989	39,525	1,4044	42,332
1,3825	30,766	1,3880	33,771	1,3935	36,706	1,3990	39,576	1,4045	42,383
1,3826	30,821	1,3881	33,825	1,3936	36,759	1,3991	39,628	1,4046	42,433
1,3827	30,876	1,3882	33,879	1,3937	36,812	1,3992	39,679	1,4047	42,484
1,3828	30,932	1,3883	33,933	1,3938	36,865	1,3993	39,731	1,4048	42,534
1,3829	30,987	1,3884	33,987	1,3939	36,917	1,3994	39,782	1,4049	42,585
1,3830	31,042	1,3885	34,040	1,3940	36,970	1,3995	39,834	1,4050	42,635
1,3831	31,097	1,3886	34,094	1,3941	37,023	1,3996	39,885	1,4051	42,685
1,3832	31,152	1,3887	34,148	1,3942	37,075	1,3997	39,937	1,4052	42,736
1,3833	31,207	1,3888	34,202	1,3943	37,128	1,3998	39,988	1,4053	42,786
1,3834	31,262	1,3889	34,256	1,3944	37,180	1,3999	40,040	1,4054	42,836

n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)
1,4055	42,887	1,4110	45,623	1,4165	48,302	1,4220	50,928	1,4275	53,501
1,4056	42,937	1,4111	45,672	1,4166	48,350	1,4221	50,975	1,4276	53,548
1,4057	42,987	1,4112	45,721	1,4167	48,399	1,4222	51,022	1,4277	53,594
1,4058	43,037	1,4113	45,770	1,4168	48,447	1,4223	51,069	1,4278	53,640
1,4059	43,088	1,4114	45,820	1,4169	48,495	1,4224	51,116	1,4279	53,686
1,4060	43,138	1,4115	45,869	1,4170	48,543	1,4225	51,164	1,4280	53,733
1,4061	43,188	1,4116	45,918	1,4171	48,591	1,4226	51,211	1,4281	53,779
1,4062	43,238	1,4117	45,967	1,4172	48,639	1,4227	51,258	1,4282	53,825
1,4063	43,288	1,4118	46,016	1,4173	48,687	1,4228	51,305	1,4283	53,871
1,4064	43,338	1,4119	46,065	1,4174	48,735	1,4229	51,352	1,4284	53,918
1,4065	43,388	1,4120	46,114	1,4175	48,784	1,4230	51,399	1,4285	53,964
1,4066	43,439	1,4121	46,163	1,4176	48,832	1,4231	51,446	1,4286	54,010
1,4067	43,489	1,4122	46,212	1,4177	48,880	1,4232	51,493	1,4287	54,056
1,4068	43,539	1,4123	46,261	1,4178	48,928	1,4233	51,540	1,4288	54,102
1,4069	43,589	1,4124	46,310	1,4179	48,976	1,4234	51,587	1,4289	54,148
1,4070	43,639	1,4125	46,359	1,4180	49,023	1,4235	51,634	1,4290	54,194
1,4071	43,689	1,4126	46,408	1,4181	49,071	1,4236	51,681	1,4291	54,241
1,4072	43,739	1,4127	46,457	1,4182	49,119	1,4237	51,728	1,4292	54,287
1,4073	43,789	1,4128	46,506	1,4183	49,167	1,4238	51,775	1,4293	54,333
1,4074	43,838	1,4129	46,555	1,4184	49,215	1,4239	51,822	1,4294	54,379
1,4075	43,888	1,4130	46,604	1,4185	49,263	1,4240	51,869	1,4295	54,425
1,4076	43,938	1,4131	46,652	1,4186	49,311	1,4241	51,916	1,4296	54,471
1,4077	43,988	1,4132	46,701	1,4187	49,359	1,4242	51,963	1,4297	54,517
1,4078	44,038	1,4133	46,750	1,4188	49,407	1,4243	52,010	1,4298	54,563
1,4079	44,088	1,4134	46,799	1,4189	49,454	1,4244	52,057	1,4299	54,609
1,4080	44,138	1,4135	46,848	1,4190	49,502	1,4245	52,104	1,4300	54,655
1,4081	44,187	1,4136	46,896	1,4191	49,550	1,4246	52,150	1,4301	54,701
1,4082	44,237	1,4137	46,945	1,4192	49,598	1,4247	52,197	1,4302	54,746
1,4083	44,287	1,4138	46,994	1,4193	49,645	1,4248	52,244	1,4303	54,792
1,4084	44,337	1,4139	47,043	1,4194	49,693	1,4249	52,291	1,4304	54,838
1,4085	44,386	1,4140	47,091	1,4195	49,741	1,4250	52,338	1,4305	54,884
1,4086	44,436	1,4141	47,140	1,4196	49,788	1,4251	52,384	1,4306	54,930
1,4087	44,486	1,4142	47,188	1,4197	49,836	1,4252	52,431	1,4307	54,976
1,4088	44,535	1,4143	47,237	1,4198	49,884	1,4253	52,478	1,4308	55,022
1,4089	44,585	1,4144	47,286	1,4199	49,931	1,4254	52,524	1,4309	55,067
1,4090	44,635	1,4145	47,334	1,4200	49,979	1,4255	52,571	1,4310	55,113
1,4091	44,684	1,4146	47,383	1,4201	50,027	1,4256	52,618	1,4311	55,159
1,4092	44,734	1,4147	47,431	1,4202	50,074	1,4257	52,664	1,4312	55,205
1,4093	44,783	1,4148	47,480	1,4203	50,122	1,4258	52,711	1,4313	55,250
1,4094	44,833	1,4149	47,528	1,4204	50,169	1,4259	52,758	1,4314	55,296
1,4095	44,882	1,4150	47,577	1,4205	50,217	1,4260	52,804	1,4315	55,342
1,4096	44,932	1,4151	47,625	1,4206	50,264	1,4261	52,851	1,4316	55,388
1,4097	44,981	1,4152	47,674	1,4207	50,312	1,4262	52,897	1,4317	55,433
1,4098	45,031	1,4153	47,722	1,4208	50,359	1,4263	52,944	1,4318	55,479
1,4099	45,080	1,4154	47,771	1,4209	50,407	1,4264	52,990	1,4319	55,524
1,4100	45,130	1,4155	47,819	1,4210	50,454	1,4265	53,037	1,4320	55,570
1,4101	45,179	1,4156	47,868	1,4211	50,502	1,4266	53,083	1,4321	55,616
1,4102	45,228	1,4157	47,916	1,4212	50,549	1,4267	53,130	1,4322	55,661
1,4103	45,278	1,4158	47,964	1,4213	50,596	1,4268	53,176	1,4323	55,707
1,4104	45,327	1,4159	48,013	1,4214	50,644	1,4269	53,223	1,4324	55,752
1,4105	45,376	1,4160	48,061	1,4215	50,691	1,4270	53,269	1,4325	55,798
1,4106	45,426	1,4161	48,109	1,4216	50,738	1,4271	53,316	1,4326	55,844
1,4107	45,475	1,4162	48,158	1,4217	50,786	1,4272	53,362	1,4327	55,889
1,4108	45,524	1,4163	48,206	1,4218	50,833	1,4273	53,408	1,4328	55,935
1,4109	45,574	1,4164	48,254	1,4219	50,880	1,4274	53,455	1,4329	55,980

n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)
1,4330	56,026	1,4385	58,503	1,4440	60,935	1,4495	63,324	1,4550	65,672
1,4331	56,071	1,4386	58,547	1,4441	60,979	1,4496	63,367	1,4551	65,714
1,4332	56,116	1,4387	58,592	1,4442	61,023	1,4497	63,410	1,4552	65,756
1,4333	56,162	1,4388	58,637	1,4443	61,066	1,4498	63,453	1,4553	65,798
1,4334	56,207	1,4389	58,681	1,4444	61,110	1,4499	63,496	1,4554	65,841
1,4335	56,253	1,4390	58,726	1,4445	61,154	1,4500	63,539	1,4555	65,883
1,4336	56,298	1,4391	58,770	1,4446	61,198	1,4501	63,582	1,4556	65,925
1,4337	56,343	1,4392	58,815	1,4447	61,241	1,4502	63,625	1,4557	65,967
1,4338	56,389	1,4393	58,859	1,4448	61,285	1,4503	63,668	1,4558	66,010
1,4339	56,434	1,4394	58,904	1,4449	61,329	1,4504	63,711	1,4559	66,052
1,4340	56,479	1,4395	58,948	1,4450	61,372	1,4505	63,754	1,4560	66,094
1,4341	56,525	1,4396	58,993	1,4451	61,416	1,4506	63,797	1,4561	66,136
1,4342	56,570	1,4397	59,037	1,4452	61,460	1,4507	63,840	1,4562	66,178
1,4343	56,615	1,4398	59,082	1,4453	61,503	1,4508	63,882	1,4563	66,221
1,4344	56,660	1,4399	59,126	1,4454	61,547	1,4509	63,925	1,4564	66,263
1,4345	56,706	1,4400	59,170	1,4455	61,591	1,4510	63,968	1,4565	66,305
1,4346	56,751	1,4401	59,215	1,4456	61,634	1,4511	64,011	1,4566	66,347
1,4347	56,796	1,4402	59,259	1,4457	61,678	1,4512	64,054	1,4567	66,389
1,4348	56,841	1,4403	59,304	1,4458	61,721	1,4513	64,097	1,4568	66,431
1,4349	56,887	1,4404	59,348	1,4459	61,765	1,4514	64,139	1,4569	66,473
1,4350	56,932	1,4405	59,392	1,4460	61,809	1,4515	64,182	1,4570	66,515
1,4351	56,977	1,4406	59,437	1,4461	61,852	1,4516	64,225	1,4571	66,557
1,4352	57,022	1,4407	59,481	1,4462	61,896	1,4517	64,268	1,4572	66,599
1,4353	57,067	1,4408	59,525	1,4463	61,939	1,4518	64,311	1,4573	66,641
1,4354	57,112	1,4409	59,569	1,4464	61,983	1,4519	64,353	1,4574	66,683
1,4355	57,157	1,4410	59,614	1,4465	62,026	1,4520	64,396	1,4575	66,725
1,4356	57,202	1,4411	59,658	1,4466	62,070	1,4521	64,439	1,4576	66,767
1,4357	57,247	1,4412	59,702	1,4467	62,113	1,4522	64,481	1,4577	66,809
1,4358	57,292	1,4413	59,746	1,4468	62,156	1,4523	64,524	1,4578	66,851
1,4359	57,337	1,4414	59,791	1,4469	62,200	1,4524	64,567	1,4579	66,893
1,4360	57,382	1,4415	59,835	1,4470	62,243	1,4525	64,609	1,4580	66,935
1,4361	57,427	1,4416	59,879	1,4471	62,287	1,4526	64,652	1,4581	66,977
1,4362	57,472	1,4417	59,923	1,4472	62,330	1,4527	64,695	1,4582	67,019
1,4363	57,517	1,4418	59,967	1,4473	62,373	1,4528	64,737	1,4583	67,061
1,4364	57,562	1,4419	60,011	1,4474	62,417	1,4529	64,780	1,4584	67,103
1,4365	57,607	1,4420	60,056	1,4475	62,460	1,4530	64,823	1,4585	67,145
1,4366	57,652	1,4421	60,100	1,4476	62,503	1,4531	64,865	1,4586	67,186
1,4367	57,697	1,4422	60,144	1,4477	62,547	1,4532	64,908	1,4587	67,228
1,4368	57,742	1,4423	60,188	1,4478	62,590	1,4533	64,950	1,4588	67,270
1,4369	57,787	1,4424	60,232	1,4479	62,633	1,4534	64,993	1,4589	67,312
1,4370	57,832	1,4425	60,276	1,4480	62,677	1,4535	65,035	1,4590	67,354
1,4371	57,877	1,4426	60,320	1,4481	62,720	1,4536	65,078	1,4591	67,396
1,4372	57,921	1,4427	60,364	1,4482	62,763	1,4537	65,120	1,4592	67,437
1,4373	57,966	1,4428	60,408	1,4483	62,806	1,4538	65,163	1,4593	67,479
1,4374	58,011	1,4429	60,452	1,4484	62,849	1,4539	65,205	1,4594	67,521
1,4375	58,056	1,4430	60,496	1,4485	62,893	1,4540	65,248	1,4595	67,563
1,4376	58,101	1,4431	60,540	1,4486	62,936	1,4541	65,290	1,4596	67,604
1,4377	58,145	1,4432	60,584	1,4487	62,979	1,4542	65,333	1,4597	67,646
1,4378	58,190	1,4433	60,628	1,4488	63,022	1,4543	65,375	1,4598	67,688
1,4379	58,235	1,4434	60,672	1,4489	63,065	1,4544	65,417	1,4599	67,729
1,4380	58,279	1,4435	60,716	1,4490	63,108	1,4545	65,460	1,4600	67,771
1,4381	58,324	1,4436	60,759	1,4491	63,152	1,4546	65,502	1,4601	67,813
1,4382	58,369	1,4437	60,803	1,4492	63,195	1,4547	65,544	1,4602	67,854
1,4383	58,413	1,4438	60,847	1,4493	63,238	1,4548	65,587	1,4603	67,896
1,4384	58,458	1,4439	60,891	1,4494	63,281	1,4549	65,629	1,4604	67,938

n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)	n (20 °C)	Sacarosa (%)
1,4605	67,979	1,4660	70,249	1,4715	72,482	1,4770	74,678	1,4825	76,841
1,4606	68,021	1,4661	70,290	1,4716	72,522	1,4771	74,718	1,4826	76,880
1,4607	68,063	1,4662	70,331	1,4717	72,562	1,4772	74,758	1,4827	76,919
1,4608	68,104	1,4663	70,372	1,4718	72,602	1,4773	74,797	1,4828	76,958
1,4609	68,146	1,4664	70,413	1,4719	72,643	1,4774	74,837	1,4829	76,997
1,4610	68,187	1,4665	70,453	1,4720	72,683	1,4775	74,876	1,4830	77,036
1,4611	68,229	1,4666	70,494	1,4721	72,723	1,4776	74,916	1,4831	77,075
1,4612	68,270	1,4667	70,535	1,4722	72,763	1,4777	74,956	1,4832	77,113
1,4613	68,312	1,4668	70,576	1,4723	72,803	1,4778	74,995	1,4833	77,152
1,4614	68,353	1,4669	70,617	1,4724	72,843	1,4779	75,035	1,4834	77,191
1,4615	68,395	1,4670	70,658	1,4725	72,884	1,4780	75,074	1,4835	77,230
1,4616	68,436	1,4671	70,698	1,4726	72,924	1,4781	75,114	1,4836	77,269
1,4617	68,478	1,4672	70,739	1,4727	72,964	1,4782	75,153	1,4837	77,308
1,4618	68,519	1,4673	70,780	1,4728	73,004	1,4783	75,193	1,4838	77,347
1,4619	68,561	1,4674	70,821	1,4729	73,044	1,4784	75,232	1,4839	77,386
1,4620	68,602	1,4675	70,861	1,4730	73,084	1,4785	75,272	1,4840	77,425
1,4621	68,643	1,4676	70,902	1,4731	73,124	1,4786	75,311	1,4841	77,463
1,4622	68,685	1,4677	70,943	1,4732	73,164	1,4787	75,350	1,4842	77,502
1,4623	68,726	1,4678	70,984	1,4733	73,204	1,4788	75,390	1,4843	77,541
1,4624	68,768	1,4679	71,024	1,4734	73,244	1,4789	75,429	1,4844	77,580
1,4625	68,809	1,4680	71,065	1,4735	73,285	1,4790	75,469	1,4845	77,619
1,4626	68,850	1,4681	71,106	1,4736	73,325	1,4791	75,508	1,4846	77,657
1,4627	68,892	1,4682	71,146	1,4737	73,365	1,4792	75,547	1,4847	77,696
1,4628	68,933	1,4683	71,187	1,4738	73,405	1,4793	75,587	1,4848	77,735
1,4629	68,974	1,4684	71,228	1,4739	73,445	1,4794	75,626	1,4849	77,774
1,4630	69,016	1,4685	71,268	1,4740	73,485	1,4795	75,666	1,4850	77,812
1,4631	69,057	1,4686	71,309	1,4741	73,524	1,4796	75,705	1,4851	77,851
1,4632	69,098	1,4687	71,349	1,4742	73,564	1,4797	75,744	1,4952	77,890
1,4633	69,139	1,4688	71,390	1,4743	73,604	1,4798	75,784	1,4853	77,928
1,4634	69,181	1,4689	71,431	1,4744	73,644	1,4799	75,823	1,4854	77,967
1,4635	69,222	1,4690	71,471	1,4745	73,684	1,4800	75,862	1,4855	78,006
1,4636	69,263	1,4691	71,512	1,4746	73,724	1,4801	75,901	1,4856	78,045
1,4637	69,304	1,4692	71,552	1,4747	73,764	1,4802	75,941	1,4857	78,083
1,4638	69,346	1,4693	71,593	1,4748	73,804	1,4803	75,980	1,4858	78,122
1,4639	69,387	1,4694	71,633	1,4749	73,844	1,4804	76,019	1,4859	78,160
1,4640	69,428	1,4695	71,674	1,4750	73,884	1,4805	76,058	1,4860	78,199
1,4641	69,469	1,4696	71,714	1,4751	73,924	1,4806	76,098	1,4861	78,238
1,4642	69,510	1,4697	71,755	1,4752	73,963	1,4807	76,137	1,4862	78,276
1,4643	69,551	1,4698	71,795	1,4753	74,003	1,4808	76,176	1,4863	78,315
1,4644	69,593	1,4699	71,836	1,4754	74,043	1,4809	76,215	1,4864	78,353
1,4645	69,634	1,4700	71,876	1,4755	74,083	1,4810	76,254	1,4865	78,392
1,4646	69,675	1,4701	71,917	1,4756	74,123	1,4811	76,294	1,4866	78,431
1,4647	69,716	1,4702	71,957	1,4757	74,162	1,4812	76,333	1,4867	78,469
1,4648	69,757	1,4703	71,998	1,4758	74,202	1,4813	76,372	1,4868	78,508
1,4649	69,798	1,4704	72,038	1,4759	74,242	1,4814	76,411	1,4869	78,546
1,4650	69,839	1,4705	72,078	1,4760	74,282	1,4815	76,450	1,4870	78,585
1,4651	69,880	1,4706	72,119	1,4761	74,321	1,4816	76,489	1,4871	78,623
1,4652	69,921	1,4707	72,159	1,4762	74,361	1,4817	76,528	1,4872	78,662
1,4653	69,962	1,4708	72,199	1,4763	74,401	1,4818	76,567	1,4873	78,700
1,4654	70,003	1,4709	72,240	1,4764	74,441	1,4819	76,607	1,4874	78,739
1,4655	70,044	1,4710	72,280	1,4765	74,480	1,4820	76,646	1,4875	78,777
1,4656	70,085	1,4711	73,320	1,4766	74,520	1,4821	76,685	1,4876	78,816
1,4657	70,126	1,4712	72,361	1,4767	74,560	1,4822	76,724	1,4877	78,854
1,4658	70,167	1,4713	72,401	1,4768	74,599	1,4823	76,763	1,4878	78,892
1,4659	70,208	1,4714	72,441	1,4769	74,639	1,4824	76,802	1,4879	78,931

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

MÉTODO 4

DETERMINACIÓN DE LOS AZÚCARES REDUCTORES; EXPRESADOS EN AZÚCARES INVERTIDOS

(Método del Instituto de Berlín)

1. Objeto y ámbito de aplicación

El método permite determinar el contenido en azúcares reductores, expresado en azúcares invertidos en el azúcar semiblanco.

2. Definición

«Azúcares reductores expresados en azúcares invertidos»: el contenido en azúcares reductores determinado por aplicación del método más abajo descrito.

3. Principio

Reducción de una solución de cobre (II) por medio de una solución de azúcares reductores. El óxido de cobre (I) formado se oxida con una solución de yodo cuyo exceso determina retrovalorando con una solución valorada de tiosulfato de sodio.

4. Reactivos**4.1. Solución de cobre II (solución de Müller)**

4.1.1. Disolver 35 g de sulfato de cobre (II) pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) en 400 ml de agua hirviendo. Enfriar.

4.1.2. Disolver 173 g de tartrato doble de sodio y de potasio tetrahidratado (sal de Rochelle o sal de Seignette: $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) y 68 g de carbonato de sodio anhidro en 500 ml de agua hirviendo. Enfriar.

4.1.3. Mezclar las dos soluciones (4.1.1 y 4.1.2) en una matraz aforado de 1 l y completar hasta 1 000 ml con agua. Añadir 2 g de carbón activo, agitar, dejar reposar durante varias horas y filtrar con un papel filtro endurecido o con una membrana filtrante.

Si durante la conservación aparecieren pequeñas cantidades de óxido de cobre (I), filtrese de nuevo.

4.2. Solución de ácido acético 5 mol/l.

4.3. Solución de yodo 0,01665 mol/l.

4.4. Solución de tiosulfato de sodio 0,0333 mol/l.

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

5. Equipo

5.1. Frasco cónico de 300 ml; pipetas y buretas de precisión.

5.2. Baño María con agua hirviendo.

6. Procedimiento

6.1. En un frasco cónico de 300 ml introducir una cantidad de muestra (10 g o menos) que no contenga más de 30 mg de azúcar invertido y disolverla en aproximadamente 100 ml de agua.

Añadir 10 ml de la solución de cobre (II) (4.1) por medio de una pipeta. Agitar el frasco y ponerlo al baño María durante 10 minutos exactamente. El nivel de la solución en el frasco cónico deberá estar a un minuto de 20 mm por debajo del nivel del agua del baño María. Enfriar rápidamente en agua corriente fría. Durante esta operación no agitar la solución con objeto de evitar que el oxígeno del aire vuelva a oxidar una parte del precipitado de óxido de cobre (I). Una vez enfriada la solución, añadirle 5 ml de ácido acético 5 mol/l (4.2), sin agitar, e inmediatamente después, sirviéndose de una bureta, un exceso (entre 20 y 40 ml) de la solución de yodo 0,01665 mol/l (4.3).

Agitar para disolver el precipitado de cobre. Valorar el exceso de yodo con la solución de tiosulfato de sodio 0,0333 mol/l (4.4) en presencia de la solución de almidón (4.5) añadida hacia el final de la valoración.

6.2. Previamente proceder a una prueba en blanco con agua. Esta prueba deberá efectuarse con cada nueva preparación de solución de cobre (II) (4.1). La titulación no deberá ser superior a 0,1 ml.

6.3. Proceder a una prueba en frío con la solución azucarada, dejándola reposar a temperatura ambiente durante 10 minutos para dar tiempo a reaccionar a otros posibles agentes reductores en presencia, tales como el dióxido de azufre.

7. Exposición de los resultados**7.1. Fórmula y cálculo de los resultados**

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

Substraer del volumen de la solución de yodo 0,01665 mol/l utilizada:

7.1.1. el número de ml utilizados en la prueba en blanco con agua efetuada previamente (6.2),

7.1.2. el número de ml utilizados en la prueba en frío con la solución azucarada (6.3),

7.1.2. 2 ml por cada 10 g de sacarosa que contenga la muestra o una cantidad proporcional si la muestra contuviese menos de 10 g de sacarosa (corrección para la sacarosa).

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

El contenido en azúcar invertido, expresado en porcentaje de la muestra, vendrá dado por la siguiente fórmula:

$$\frac{V_1}{10 \times m_0}$$

donde V_1 = número de ml de la solución de yodo 0,01665 mol/l (4.3) después de la corrección,

m_0 = masa, en gramos, de la muestra analizada.

7.2. Repetibilidad

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

MÉTODO 5

DETERMINACIÓN DE LOS AZÚCARES REDUCTORES, EXPRESADOS EN AZÚCARES INVERTIDOS

(Método de Knight y Allen)

1. Objeto y ámbito de aplicación

El método permite determinar el contenido en azúcares invertidos en:

- el azúcar o el azúcar blanco,
- el azúcar refinado o el azúcar blanco refinado.

2. Definición

«Azúcares reductores expresados en azúcares invertidos»: el contenido en azúcares reductores determinado por aplicación del método más abajo descrito.

3. Principio

A la solución de la muestra se añadirá un exceso de reactivo de cobre (II) que será sometido a una reducción parcial; la fracción no reducida se retrovalorará con ayuda de una solución de EDTA

4. Reactivos

- 4.1. *Solución de ácido etilendiaminotetraacético* (sal disódica) (EDTA), 0,0025 mol/l: disolver 0,930 g de EDTA en agua y completar hasta 1 000 ml con agua.
- 4.2. *Solución indicadora de muréxida*: añadir 0,25 g de muréxida a 50 ml de agua y mezclar con 20 ml de una solución acuosa de azul de metileno de 0,2 g/100 ml.
- 4.3. *Reactivo alcalino de cobre*: disolver 25 g de carbonato de sodio anhidro y 25 g de tartrato sódico — potásico tetrahidratado en aproximadamente 600 ml de agua que contenga 40 ml de hidróxido de sodio 1 mol/l. Disolver 6 g de sulfato de cobre (II) pentahidratado en aproximadamente 100 ml de agua y añadir a la solución de tartrato, completar hasta 1 000 ml con agua.

NB: La solución tiene un periodo de conservación limitado (una semana).

- 4.4. *Solución normalizada de azúcares invertidos*: en un matraz aforado de 250 ml disolver 23,75 g de sacarosa pura (4.5) en aproximadamente 120 ml de agua, añadir 9 ml de ácido clorhídrico (densidad = 1,16) y dejar reposar a temperatura ambiente durante ocho días. Completar la solución hasta 250 ml y verificar la terminación de la hidrólisis por una lectura del sacarímetro en un tubo de 200 mm. Deberá obtenerse $-11,80 \pm 0,05$ °S (ver número 8). Con ayuda de una pipeta transferir 200 ml de esta solución a un matraz aforado de 2 000 ml. Diluir con agua y añadir 71.4 ml de hidróxido de sodio 1 mol/l que contenga 4 g de ácido benzoico (ver número 8), agitando continuamente para evitar una alcalinidad local excesiva.

Completar hasta los 2 000 ml para obtener una solución de 1 gr/100 ml de azúcar invertido.

La solución deberá presentar un pH de alrededor de 3. Esta solución concentrada estable deberá diluirse inmediatamente antes de su empleo.

- 4.5. *Sacarosa pura*: muestra de sacarosa pura con un contenido en azúcares invertidos inferior a 0,001 g/100 g.

5. Equipo

- 5.1. Tubo de ensayo de 150 × 20 mm.
5.2. Recipiente de porcelana blanca.
5.3. Balanza analítica (precisión: 0,1 mg).

6. Procedimiento

- 6.1. En un tubo de ensayo (5.1) disolver en 5 ml de agua 5 g de azúcar tomados de la muestra a cuyo análisis se procede. Añadir 2 ml del reactivo cobre (4.3) y mezclar. Poner el tubo al baño María con agua hirviendo durante cinco minutos y luego enfriar en agua fría.
6.2. Transferir cuantitativamente la solución contenida en el tubo de ensayo a un recipiente de evaporación (5.2) enjuagando el tubo de ensayo con algunos ml de agua. Añadir 3 gotas de indicador (4.2) y valorar con ayuda de una solución de EDTA (4.1). V_0 es el número de ml de EDTA utilizados para la valoración.

El color de la solución cambiará del verde al gris antes del punto final y la púrpura en el punto final. El color púrpura desaparecerá lentamente a causa de la oxidación del óxido de cobre (I) en óxido de cobre (II) a una velocidad que dependerá de la concentración del cobre reducido presente. El punto final de la valoración deberá por tanto alcanzarse rápidamente.

- 6.3. Construir una curva de calibración añadiendo cantidades conocidas de azúcares invertidos (solución 4.4 convenientemente diluida) a 5 g de sacarosa (4.5) y añadir agua fría en cantidad suficiente para que la adición total de agua alcance los 5 ml.

Trasladar los volúmenes de valoración (en ml) en función del porcentaje de azúcares invertidos añadidos a los 5 g de sacarosa: el gráfico resultante presentará una línea recta entre las zonas correspondientes a 0,001 y 0,019 g de azúcares invertidos por cada 100 g de muestra.

7. Expresión de los resultados

7.1. Cálculo de los resultados

Marcar sobre la curva de calibración el porcentaje de azúcares invertidos correspondiente al valor de V_0 ml de EDTA determinados en el análisis de la muestra.

- 7.2. Cuando en la muestra analizada existan concentraciones de azúcares invertidos superiores a 0,017 g/100 g, el peso de la muestra tomada de acuerdo con lo dispuesto en el número 6.1 deberá reducirse de forma adecuada. No obstante dicha muestra se completará con sacarosa pura (4.5) hasta alcanzar el peso establecido de 5 g.

7.3. Repetibilidad

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

8. Observación

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

MÉTODO 6

DETERMINACIÓN DE LOS AZÚCARES REDUCTORES EXPRESADOS EN AZÚCARES INVERTIDOS O EN D-GLUCOSA

(Método Luff-Schoorl)

1. Objeto y ámbito de aplicación

El método permite determinar:

- 1.1. el contenido en azúcares reductores (expresados en azúcares invertidos) en:
 - el azúcar líquido,
 - el azúcar blanco líquido,
 - el azúcar líquido invertido,
 - el azúcar blanco líquido invertido,
 - el jarabe de azúcar invertido,
 - el jarabe de azúcar blanco invertido;
- 1.2. la D-glucosa que, referida a la materia seca, representa el equivalente en dextrosa en:
 - el jarabe de glucosa,
 - el jarabe de glucosa deshidratado;
- 1.3. la dextrosa (D-glucosa) en:
 - la dextrosa monohidratada,
 - la dextrosa anhidra.

2. Definición

«Azúcares reductores expresados en azúcares invertidos, D-glucosa o equivalente de dextrosa»: el contenido en azúcares reductores expresado en azúcares invertidos, D-glucosa o equivalente de dextrosa determinado por el método que se describe a continuación.

3. Principio

La solución, clarificada si es necesario, en la que se encuentran los azúcares reductores se pone en ebullición en condiciones normalizadas en presencia de una solución de cobre (II), parcialmente reducida a cobre (I). El exceso de cobre (II) se valorará por yodometría.

4. Reactivos

4.1. Solución de Carrez I

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

4.2. Solución de Carrez II

Disolver en agua 10,6 g de ferrocianuro II de potasio trihidratado $K_4(Fe(CN)_6) \cdot 3H_2O$. Completar hasta 100 ml con agua.

4.3. Reactivo de Luff-Schoorl

Preparar las soluciones siguientes:

- 4.3.1. Solución de sulfato de cobre (II): disolver 25 g de sulfato de cobre (II) pentahidratado, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, exento de hierro, en 100 ml de agua.
- 4.3.2. solución de ácido cítrico: disolver 50 g de ácido cítrico monohidratado $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ en 50 ml de agua;
- 4.3.3. solución de carbonato de sodio: en un matraz aforado de 1 l disolver 143,8 g de carbonato de sodio anhidro en aproximadamente 300 ml de agua caliente. Dejar enfriar;
- 4.3.4. Verter, agitando con prudencia, la solución de ácido cítrico (4.3.2) en la solución de carbonato de sodio (4.3.3). Agitar hasta que desaparezca la efervescencia. Añadir a continuación la solución de sulfato de cobre (II) (4.3.1) y completar hasta los 1 000 ml con agua. Dejar reposar una noche y filtrar si es necesario. Controlar según el número 6.1 la molaridad del reactivo así obtenido (Cu 0,1 mol/l; Na_2CO_3 1 mol/l).

- 4.4. Solución de tiosulfato de sodio 0,1 mol/l.
- 4.5. Solución de almidón: añadir 5 g de almidón soluble disuelto en 30 ml de agua a 1 l de agua hirviendo. Hervir durante tres minutos, dejar enfriar y añadir 10 mg de yoduro de mercurio (II) como conservante, si ello fuere necesario.
- 4.6. Ácido sulfúrico 3 mol/l.
- 4.7. Solución al 30% (m/v) de yoduro de potasio.
- 4.8. Gránulos de piedra pómez hervidos en el ácido clorhídrico, lavados con agua hasta que el ácido haya desaparecido y a continuación secados
- 4.9. Isopentanol.
- 4.10. Hidróxido de sodio 0,1 mol/l.
- 4.11. Ácido clorhídrico 0,1 mol/l.
- 4.12. Solución al 1% (m/v) de fenoltaleína en etanol.
5. **Equipo**
 - 5.1. Frasco cónico de 300 ml provisto de un refrigerante de reflujo.
 - 5.2. Cronómetro
6. **Procedimiento**
 - 6.1. *Control del reactivo de Luff-Schoorl (4.3)*
 - 6.1.1. Añadir a 25 ml del reactivo de Luff-Schoorl (4.3) 3 g de yoduro de potasio y 25 ml de ácido sulfúrico 3 mol/l (4.6).

Valorar con tiosulfato sódico 0,1 mol/l (4.4) en presencia de la solución de almidón (4.5), que se añadira hacia el final de la valoración. La cantidad de tiosulfato de sodio 0,1 mol/l utilizada deberá ser de 25 ml.
 - 6.1.2. En un matraz aforado de 100 ml verter 10 ml del reactivo por medio de una pipeta y completar con 90 ml de agua.

Por medio de una pipeta, verter en un frasco cónico 10 ml de reactivo diluido y mezclar con 25 ml de ácido clorhídrico 0,1 mol/l (4.11). Calentar un ahora al baño María con agua hirviendo. Enfriar, rellenar con agua recién hervida hasta alcanzar el volumen inicial y valorar con hidróxido de sodio 0,1 mol/l (4.10) en presencia de fenoltaleína (4.12).
La cantidad de hidróxido de sodio 0,1 mol/l (4.11) utilizada deberá estar comprendida entre 5,5 y 6,5 ml.
 - 6.1.3. Valorar 10 ml de reactivo diluido (6.1.2) con ácido clorhídrico 0,1 mol/l (4.11), en presencia de fenoltaleína (4.12). El viraje vendrá marcado por la desaparición de la coloración violeta.
La cantidad de ácido clorhídrico 0,1 mol/l (4.10) utilizada deberá estar comprendida entre 6 y 7,5 ml.
 - 6.1.4. El reactivo de Luff-Schoorl deberá tener un pH comprendido entre 9,3 y 9,4 a 20 °C.
 - 6.2. *Preparación de la solución*
 - 6.2.1. Pesar, con un error máximo de 1 mg, 5 g de la muestra e introducirlos en un matraz aforado de 250 ml. Añadir 200 ml de agua. Si es necesario, clarificar añadiendo sucesivamente 5 ml de solución de Carrez I (4.1) y 5 ml de solución de Carrez II (4.2). Agitar después de cada adición. Completar hasta 250 ml con agua. Mezclar. Filtrar si es necesario.
 - 6.2.2. Diluir la solución 6.2.1 de forma que 25 ml de solución contengan un mínimo de 15 mg y un máximo de 60 mg de azúcares reductores expresados en glucosa.
 - 6.2. *Valoración por el método Luff-Schoorl*

Extraer con la pipeta 25 ml del reactivo de Luff-Schoorl (4.3) y llevarlos a un frasco cónico de 300 ml (5.1); añadir por medio de una pipeta 25 ml de la solución de azúcar (6.2.2) y dos gránulos de piedra pómez (4.8). Colocar inmediatamente el frasco cónico (5.1) provisto de un refrigerante de reflujo sobre una tela metálica provista de una placa de amianto que tenga una abertura del mismo diámetro que el fondo del frasco cónico. Poner el líquido en ebullición en unos dos minutos. A partir de ese momento, hacer hervir lentamente durante diez minutos exactamente. Enfriar inmediatamente en agua fría y después de unos cinco minutos valorar como sigue:

Añadir 10 ml de solución de yoduro de potasio (4.7) e, inmediatamente después y con cuidado (debido al riesgo de que se forme abundante espuma), 25 ml de ácido sulfúrico 3 mol/l (4.6). Valorar a continuación con la solución de tiosulfato de sodio 0,1 mol/l (4.4) hasta que aparezca una coloración amarillo pálido, añadir algunos ml de solución de almidón (4.5) y proseguir la valoración hasta que desaparezca la coloración azul.

Efectuar una prueba en blanco sustituyendo los 25 ml de solución azucarada (6.2.2) por 25 ml de agua.

7. **Expresión de los resultados**7.1. *Cálculo de los resultados*

Establecer, con la ayuda de la tabla adjunta, la cantidad en mg de glucosa o de azúcares invertidos que corresponda a la diferencia entre los valores de dos valoraciones, expresados en ml de tiosulfato de sodio 0,1 mol/l (efectuar la interpolación si es necesario). Expresar el resultado en % (m/m) de azúcares invertidos o de D-glucosa referido a la materia seca.

7.2. *Repetibilidad*

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

8. **Observación**

- 8.1. Antes de la acidificación con ácido sulfúrico, pudiera ser recomendable añadir alrededor de 1 ml de isopentanol (4.9) con el fin de evitar la formación de espuma.

Tabla de valores según Luff-Schoorl

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

MÉTODO 7

DETERMINACIÓN DE LOS AZÚCARES REDUCTORES EXPRESADOS EN AZÚCARES INVERTIDOS

(Método de volumen constante Lane y Eynon)

1. **Objeto y ámbito de aplicación**

Este método permite determinar los azúcares reductores, expresados en azúcares invertidos en:

- el azúcar líquido,
- el azúcar blanco líquido,
- el azúcar líquido invertido,
- el azúcar blanco líquido invertido,
- el jarabe de azúcar invertido,
- el jarabe de azúcar blanco invertido.

2. Definición

«Azúcares reductores expresados en azúcares invertidos»: el contenido en azúcares reductores determinado por aplicación del método más abajo descrito.

3. Principio

La solución que se analiza se valora en el punto de ebullición en relación a un volumen determinado de solución de Fehling, utilizando azul de metileno como indicador interno.

4. Reactivos**4.1. Solución de Fehling****4.1.1. Solución A:**

Disolver en agua 69,3 g de sulfato de cobre (II) pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) y completar hasta los 1 000 ml con agua.

4.1.2. Solución B:

Disolver en agua 346 g de tartrato de sodio y de potasio tetrahidratado ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) y 100 g de hidróxido de sodio, y completar hasta los 1 000 ml con agua.

Decantar la solución límpida de cualquier sedimento que pudiera formarse.

NB: Conservar ambas soluciones en botellas de color marrón o amarillo.

4.2. Hidróxido de sodio 1 mol/l**4.3. Solución normalizada de azúcares invertidos:** en un matraz aforado de 250 ml disolver 23,75 g de sacarosa pura en aproximadamente 120 ml de agua, añadir 9 ml de ácido clorhídrico (densidad = 1,16) y dejar reposar a temperatura ambiente durante ocho días. Completar la solución hasta 250 ml y verificar la terminación de la hidrólisis por una lectura del sacarímetro en un tubo de 200 mm. Deberá obtenerse $-11,80^\circ \pm 0,05^\circ \text{S}$ (ver número 8). Con ayuda de una pipeta transferir 200 ml de esta solución a un matraz aforado de 2 000 ml. Diluir con agua y añadir 71,4 ml de hidróxido de sodio 1 mol/l (4.2) que contenga 4 g de ácido benzoico (ver número 8), agitando continuamente para evitar una alcalinidad local excesiva.

Completar hasta los 2 000 ml para obtener una solución de 1 g/100 ml de azúcar invertido. La solución deberá presentar un pH de alrededor de 3. Esta solución concentrada estable deberá diluirse inmediatamente antes de su empleo.

Para obtener una solución de azúcar invertido de 0,25 g/100 ml, llenar un matraz aforado de 250 ml con la solución de azúcar invertido de 1 g/100 ml a 20 °C. Transvasar el contenido de dicho matraz a otro matraz aforado de 1 000 ml y llenarlo con agua a 20 °C.

4.4. Solución de azul de metileno de 1g/100 ml.**5. Equipo****5.1. Matraz de cuello estrecho, 500 ml.****5.2. Bureta de 50 ml con grifo, graduada a 0,05 ml.****5.3. Pipetas aforadas de 20,25 y 50 ml.****5.4. Matraces aforados de 250, 1 000 y 2 000 ml.****5.5. Dispositivo de calentamiento que permita mantener la ebullición en las condiciones descritas en el número 6.1 y observar el viraje del color en el punto final sin tener que retirar el frasco (5.1) de la fuente de calor.****5.6. Cronómetro que permita medir como mínimo tiempos de un segundo.****6. Procedimiento****6.1. Normalización de la solución de Fehling****6.1.1. Verter en este orden, con ayuda de la pipeta (5.3), 50 ml de la solución B (4.1.2) y 50 ml de la solución A (4.1.1) en un vaso de precipitado limpio y seco. Mezclar bien.****6.1.2. Enjuagar la bureta y llenarla de la solución normalizada de azúcares invertidos de 0,25 g/100 ml (4.3).****6.1.3. Verter con ayuda de una pipeta una parte alícuota de 20 ml de la mezcla de las soluciones A y B (6.1.1) en un matraz de 600 ml (5.1). Añadir 15 ml de agua en el matraz. Verter 39 ml de la solución de azúcares invertidos que contiene la bureta, añadir una pequeña cantidad de gramos de piedra pómez y mezclar el contenido del matraz agitando lentamente.****6.1.4. Calentar el matraz hasta que su contenido hierva, y dejar hervir durante dos minutos exactamente; durante al tiempo que dure la operación, no deberá retirarse el matraz de la fuente de calor ni interrumpirse la ebullición.**

Hacia el final de los dos minutos de ebullición añadir tres o cuatro gotas de solución de azul de metileno (4.4): la solución deberá tener un color azul claramente definido.

- 6.1.5. Proseguir la normalización vertiendo de la bureta la solución normalizada de azúcares invertidos en pequeñas cantidades, inicialmente de 0,2 ml, luego de 0,1 ml, y por fin gota a gota hasta que se alcance el punto final, es decir, hasta que desaparezca el color azul proporcionado por el azul de metileno. En este punto la solución habrá adquirido un color rojizo, debido a la formación de óxido de cobre (I).
- 6.1.6. El punto final deberá alcanzarse al cabo de 3 minutos de iniciarse la ebullición de la solución. El valor final, V_0 , deberá situarse entre 39 y 41 ml. Si V_0 sobrepasare dichos límites, ajústese la concentración de cobre de la solución A (4.1.1) y repítase el proceso de normalización.

6.2. *Preparación de las soluciones que vayan a ser objeto del análisis.*

La solución que vaya a ser objeto del análisis deberá tener una concentración de azúcares invertidos entre 250 y 400 g por 100 ml.

6.3. *Prueba preliminar*

- 6.3.1. Deberá efectuarse una prueba preliminar con objeto de que la cantidad de agua que debe añadirse a los 20 ml de mezcla de las soluciones A y B sea suficiente para garantizar la obtención de un volumen final de 75 ml después de la valoración.

El procedimiento es el mismo que el descrito en el número 6.1.4, con la única diferencia de que se utiliza la solución para análisis en lugar de la solución normalizada de azúcares invertidos. Verter de la bureta 25 ml de solución para análisis en el matraz, añadir 15 ml de agua y hacer hervir la solución durante dos minutos exactamente. Valorar entonces hasta alcanzar el punto final tal y como se describe en el número 6.1.5.

- 6.3.2. Si después de haber añadido la solución de azul de metileno persistiese el color rojizo, se habrá utilizado una solución para análisis demasiado concentrada. En tal caso, anúlese la prueba y comiencese otra con una solución para análisis menos concentrada.

Si fueren necesarios más de 50 ml de solución para análisis para obtener el color rojizo, deberá utilizarse una solución para análisis más concentrada.

Calcular la cantidad de agua que hay que añadir restando de 75 ml los volúmenes de la solución de Fehling (20 ml) y de la solución para análisis.

6.4. *Análisis de la solución*

- 6.4.1. Con ayuda de una pipeta en el matraz 20 ml de la solución de Fehling y una cantidad de agua determinada según el número 6.3.

- 6.4.2. Con ayuda de la bureta añadir el valor observado de la solución para análisis (determinado conforme al número 6.3) menos 1 ml.

Añadir algunos granos de piedra pómez, mezclar el contenido del matraz agitándolo, calentar hasta que hierva y valorar como se describe en el número 6.3. El viraje deberá alcanzarse en aproximadamente un minuto a conter desde la adición de la solución de azul de metileno.

Valor final: V_1 .

7. *Expresión de los resultados*

7.1. *Fórmula y método de cálculo*

El contenido en azúcares reductores de la solución muestra, calculando en azúcares invertidos, vendrá dado por la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de azúcares reductores (expresados en azúcares invertidos)} = \frac{V_0 \times 25 \times f}{C \times V_1}$$

donde: C = la concentración de la solución muestra en g por 100 ml,

V_0 = el volumen en ml de la solución valorada de azúcares invertidos utilizada en la normalización,

V_1 = el volumen en ml de la solución utilizada para el análisis descrito en el número 6.4.2,

f = el factor de corrección utilizado para tener en cuenta la concentración en sacarosa de la solución muestra. Los valores vienen indicados en la tabla siguiente.

Sacarosa (g en la mezcla en ebullición)	Factor de corrección f
0	1,000
0,5	0,982
1,0	0,971
1,5	0,962
2,0	0,954
2,5	0,946
3,0	0,939
3,5	0,932
4,0	0,926
4,5	0,920
5,0	0,915
5,5	0,910
6,0	0,904
6,5	0,898
7,0	0,893
7,5	0,888
8,0	0,883
8,5	0,878
9,0	0,874
9,5	0,869
10,0	0,864

Las correcciones para los diferentes contenidos en sacarosa de la solución muestra podrán calcularse a partir de la tabla por interpolación.

NB: La concentración aproximada de sacarosa podrá hallarse restando la concentración de los sólidos disueltos debida al azúcar invertido (estimando para este cálculo que $f = 1$) de la concentración total en sólidos disueltos, expresada en sacarosa, y deducida del índice de refracción de la solución según el método 3.

7.2. Repetibilidad

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

8. Observación

Para la transformación en $^{\circ}\text{S}$, dividir por 2,889 (tubo de precisión 200 mm fuente luminosa constituida por una lámpara de vapores de sodio; temperatura del local donde se encuentre el aparato mantenida lo más cerca posible de 20°C).

MÉTODO 8

DETERMINACIÓN DEL EQUIVALENTE EN DEXTROSA

(Método de valoración constante Lane-Eynon)

1. Objeto y ámbito de aplicación

Este método permite determinar el equivalente en dextrosa:

- del jarabe de glucosa,
- del jarabe de glucosa deshidratado,
- de la dextrosa monohidratada,
- de la dextrosa anhidra.

2. Definición

- 2.1. «Poder reductor»: el contenido en azúcares reductores, determinado por el método prescrito, expresado en términos de dextrosa anhidra (D-glucosa) y calculado en % (m/m) de la muestra.
- 2.2. «Equivalente en dextrosa»: el poder reductor, calculado en % (m/m sobre la materia seca de la muestra).

3. Principio

La solución para análisis se valora en el punto de ebullición un volumen determinado de solución de Fehling, en condiciones bien definidas, utilizando el azul de metileno como indicador.

4. Reactivos

4.1. Solución de Fehling

4.1.1. Solución A:

Disolver 69,3 g de sulfato de cobre (II) pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) en agua y completar hasta 1 000 ml con agua.

4.1.2. Solución B:

Disolver 346 g de tartrato doble de sodio y de potasio tetrahidratado ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) con 100 g de hidróxido de sodio en agua y completar hasta 1 000 ml con agua. Decantar la solución limpia de cualquier sedimento que pudiera formarse.

NB: Conservar ambas soluciones (4.1.1 y 4.1.2) en botellas de color marrón o amarillo.

4.1.3. Preparación de la solución de Fehling

Verter en este orden, con ayuda de la pipeta (5.3), 50 ml de la solución B (4.2.1) y 50 ml de la solución A (4.1.1) en un vaso de precipitado limpio y seco. Mezclar bien.

NB: No conservar la solución de Fehling. Hacer la preparación en el acto. Normalizar según el número 6.1 cada día que se utilice.

4.2. Dextrosa anhidra de referencia (D-glucosa) ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$)

Secar el producto en un horno de vacío durante 4 horas a una temperatura mínima de 100 ± 1 °C y a una presión aproximada de 10 kPa (103 mbar).

4.3. Solución normalizada de dextrosa de 0,600 g/100 ml

Pesar, con una precisión de 0,1 mg, 0,6 g de dextrosa anhidra (4.2), y disolverla en agua; trasvasar la solución a un matraz aforado de 100 ml (5.4), completar y mezclar.

Prepárese una nueva solución cada día que deba utilizarse.

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

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

5. Equipo

5.1. Matraz de cuello estrecho de 250 ml.

5.2. Bureta acodada de 50 ml con grifo, graduada en 0,05 ml.

5.3. Pipetas aforadas de 25 ml y 50 ml.

5.4. Matraces aforados de 100 ml y 500 ml.

5.5. Dispositivo de calentamiento que permita mantener la ebullición en las condiciones descritas en el número 6.1 y observar el viraje del color en el punto final sin tener que retirar el matraz (5.1) de la fuente de calor (nota 3 del número 6.1).

5.6. Cronómetro que permita medir como mínimo tiempos de un segundo.

6. Procedimiento

6.1. Normalización de la solución de Fehling

6.1.1. Con ayuda de la pipeta, verter 25 ml de la solución de Fehling (4.1.3) en un matraz de cuello estrecho seco y limpio (5.1).

6.1.2. Llenar la bureta (5.2) con la solución normalizada de dextrosa (4.3).

6.1.3. Verter en el matraz (5.1) 18 ml de la solución normalizada de dextrosa (4.3). Agitar el matraz para mezclar bien el contenido.

6.1.4. Colocar el matraz en el dispositivo de calentamiento (5.5) previamente ajustado, de forma que la ebullición comience al cabo de 120 ± 15 segundos.

El dispositivo de calentamiento no deberá volverse a ajustar durante toda la duración de la valoración (ver nota 1).

6.1.5. Cuando el contenido rompa a hervir, poner en marcha el cronómetro a partir de cero.

- 6.1.6. Hacer hervir el contenido del matraz durante 120 segundos cronometrados.
Añadir 1 ml de solución de azul de metileno (4.4) hacia el final de este periodo.
- 6.1.7. Después de haber permanecido en ebullición durante 120 segundos cronometrados, comenzar a verter la solución patrón de dextrosa de la bureta graduada (6.1.2) en el matraz (5.1) en cantidades de 0,5 ml, hasta que desaparezca el color del azul de metileno (ver notas 2 y 3).
Anotar el volumen total de solución patrón de dextrosa añadido incluida la penúltima adición de 0,5 ml (X ml).
- 6.1.8. Repetir 6.1.1 y 6.1.2.
- 6.1.9. Verter en el matraz (5.1) una cantidad de solución normalizada de dextrosa de la bureta graduada igual a $(X - 0,3)$ ml.
- 6.1.10. Repetir 6.1.4, 6.1.5 y 6.1.6.
- 6.1.11. Después de haber hecho hervir durante 120 segundos cronometrados, comenzar a verter la solución normalizada de dextrosa de la bureta graduada en el matraz (5.1), al principio en cantidades de 0,2 ml y finalmente gota a gota, hasta que haya desaparecido el color del azul de metileno.
Hacia el final de esta operación, el intervalo de tiempo entre las sucesivas adiciones de solución patrón de dextrosa deberá ser de 10 a 15 segundos.
Estas adiciones deberán acabarse en 60 segundos de modo que el tiempo total de ebullición no sobrepase los 180 segundos. Para obtener este resultado pudiera ser necesario efectuar una tercera valoración con una adición inicial de solución normalizada de dextrosa (6.1.9) ligeramente superior y convenientemente ajustada.
- 6.1.12. Anotar al volumen (V_0 ml) de solución normalizada de dextrosa utilizada hasta el viraje final (ver nota 4).
- 6.1.13. V_0 deberá estar comprendido entre los 19 y 21 ml de solución normalizada de dextrosa (4.3).
Si V_0 sobrepasare dichos límites, ajústese convenientemente la concentración de la solución A (4.1.1) repitase la operación de valoración.
- 6.1.14. Para la normalización diaria de la solución de Fehling, y dado que se conoce V_0 con precisión, sólo será necesaria una valoración, utilizando una dición inicial de $(V_0 - 0,5)$ ml de solución normalizada de dextrosa.
- Nota 1*
Es necesario que una vez comenzada la ebullición, el desprendimiento de vapor sea intenso y continuo durante todo el proceso de valoración, lo que permitirá evitar en lo que cabe la entrada de aire en el matraz de valoración y en consecuencia, la reoxidación de su contenido.
- Nota 2*
La desaparición del color del azul de metileno se observará, más fácilmente mirando las capas superiores y el menisco del contenido del matraz de valoración, que estarán relativamente libres del precipitado de óxido de cobre (I) rojo. La desaparición del color es mas visible con luz indirecta. Resulta útil colocar una pantalla blanca detrás del matraz de valoración.
- Nota 3*
La bureta graduada debería estar aislada en lo posible de la fuente de calor durante la valoración.
- Nota 4*
Dado que hay que tener en cuenta siempre el factor individual, cada operador deberá efectuar su propia valoración de normalización y utilizar su propio valor de V_0 para los cálculos (7.1).
- 6.2. *Examen preliminar de la muestra*
- 6.2.1. A menos que se conozca aproximadamente el poder reductor (2.1) de la muestra, efectuar un examen preliminar para obtener su valor aproximado de forma que pueda calcularse la masa de la muestra para análisis (6.3)
Este examen se efectuará como sigue:
- 6.2.2. Preparar una solución de Z% (m/v) de la muestra, teniendo Z un valor aproximado.
- 6.2.3. Ver 6.1.2, utilizar la solución muestra (6.2.2) en lugar de la solución valorada de dextrosa.
- 6.2.4. Ver 6.1.1.
- 6.2.5. Ver 6.1.3, utilizar 10 ml de solución muestra en lugar de 18 ml de solución normalizada de dextrosa.
- 6.2.6. Ver 6.1.4.
- 6.2.7. Hacer hervir el contenido del matraz. Añadir 1 ml de solución de azul de metileno (4.4).

- 6.2.8. Cuando comience a hervir, poner en marcha el cronómetro a partir de cero y comenzar a verter cada 10 segundos 1 ml de la solución muestra de la bureta al matraz hasta que desaparezca el color del azul de metileno.

Anotar el volumen de solución muestra que se ha añadido, incluida la penúltima edición (Y ml).

- 6.2.9. «Y» no deberá sobrepasar los 50 ml. En caso de que lo hiciese, aumentar la concentración de la solución muestra y repetir la valoración.

- 6.2.10. El poder reductor aproximado de la muestra preparada en porcentaje en masa vendrá dado por la fórmula:

$$\frac{60 \times V_0}{Y \times Z}$$

- 6.3. *Muestra para análisis*

Pesar con un precisión de 0,1 mg una porción de la muestra (Mg) que contenga entre 2,85 y 3,15 g de azúcares reductores expresados en dextrosa anhidra (D-glucosa), utilizando para el cálculo bien la cifra aproximada conocida referida al poder reductor (2.1), bien la cifra aproximada obtenida en el número 6.2.10.

- 6.4. *Solución para análisis*

Disolver dicha porción hasta 500 ml, también con agua.

- 6.5. *Determinación*

- 6.5.1. Ver número 6.1.1.

- 6.5.2. Llenar la bureta (5.2) con la solución para análisis (6.4).

- 6.5.3. Verter en el matraz 18,5 ml de solución para análisis de la bureta. Agitar el matraz para que se mezcle el contenido.

- 6.5.4. Ver 6.1.4.

- 6.5.5. Ver 6.1.5.

- 6.5.6. Ver 6.1.6.

- 6.5.7. Ver 6.1.7; utilizar la solución para análisis en lugar de la solución normalizada de dextrosa.

- 6.5.8. Ver 6.1.8.

- 6.5.9. Ver 6.1.9; utilizar la solución para análisis en lugar de la solución normalizada de dextrosa.

- 6.5.10. Ver 6.1.10.

- 6.5.11. Ver 6.1.11; utilizar la solución para análisis en lugar de la solución normalizada de dextrosa.

- 6.5.12. Anotar el volumen (V_1) de la solución para análisis que se ha utilizado hasta el punto final de valoración.

- 6.5.13. V_1 deberá situarse entre los 19 y 21 ml de solución para análisis. Si V_1 sobrepasare dichos límites, ajustar convenientemente la concentración de la solución para análisis y repetir del 6.5.1 al 6.5.12.

- 6.5.14. Efectuar dos valoraciones con la misma solución para análisis.

- 6.6. *Contenido en materia seca.*

Determinar el contenido en materia seca de la muestra utilizando el método 2.

7. **Expresión de los resultados**

- 7.1. *Fórmulas y cálculo de los resultados*

- 7.1.1. Poder reductor:

El poder reductor, calculado en tanto por ciento en relación a la masa de la muestra vendrá dado por la fórmula:

$$\frac{300 \times V_0}{V_i \times M}$$

donde: V_0 = el volumen, en ml, de la solución normalizada de dextrosa (4.3) utilizada en la valoración de normalización (6.1),

V_i = el volumen, en ml, de la solución para análisis (6.4) utilizada en la valoración de determinación (6.5),

M = la masa, en gr, de la muestra para análisis (6.3) utilizada para obtener 500 ml de solución para análisis.

7.1.2. Equivalente en dextrosa

El equivalente en dextrosa, calculado en tanto por ciento en relación a la masa de materia seca de la muestra, vendrá dado por la fórmula:

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

donde: PR = el poder reductor calculado en tanto por ciento en relación a la masa de la muestra (7.1.1),

D = el contenido en materia seca de la muestra expresado en tanto por ciento en relación a la masa.

7.1.3. Tómesese como resultado la media aritmética de las dos valoraciones con la condición de que se satisfaga el requisito relativo a la repetibilidad (7.2).**7.2. Repetibilidad**

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

MÉTODO 9**DETERMINACIÓN DE LAS CENIZAS SULFATADAS****1. Objeto y ámbito de aplicación**

El método permite determinar el contenido en cenizas de:

- el jarabe de glucosa,
- el jarabe de glucosa deshidratado,
- la dextrosa monohidratada,
- la dextrosa anhidra.

2. Definición

« Contenido en cenizas sulfatadas »: el contenido en cenizas sulfatadas determinado por aplicación del método más abajo descrito.

3. Principio

La masa residual de la muestra se determina después de incinerarla en una atmósfera oxidante a 525 °C en presencia de ácido sulfúrico y se expresa en porcentaje de la masa de la muestra.

4. Reactivos**4.1. Ácido sulfúrico diluido:** añadir lentamente y con precaución 100 ml de SO₄H₂ concentrado (densidad absoluta 20 °C 1,84 g/ml; 96% (m/m)) a 300 ml de agua.**5. Equipo**

- 5.1. Horno eléctrico de mufla provisto de un pirómetro y que pueda funcionar a la temperatura de 525 ± 25 °C.
- 5.2. Balanza analítica, precisión 0,1 mg.
- 5.3. Crisoles de incineración de platino o de cuarzo del volumen adecuado.
- 5.4. Desecador provisto de gel de sílice recién activado o de un agente deshidratante equivalente, y provisto de un indicador de humedad.

6. Procedimiento

Calentar un crisol de incineración (5.3) a la temperatura de incineración, enfriar en el desecador y pesar. A continuación, pesar el crisol con una precisión de 0,1 mg, 5 g de jarabe de glucosa o de jarabe de glucosa deshidratado o aproximadamente 10 g de dextrosa monohidratada o anhidra.

Añadir a continuación 5 ml de ácido sulfúrico (4.1) (8.1). Calentar cuidadosamente el crisol que contiene la muestra sobre una llama o sobre una placa hasta que aquella se carbonice por completo. Durante el proceso de carbonización, haganse arder los vapores emanados de la muestra (8.2).

Colocar el crisol de incineración (5.3) en el horno de mufla (5.1) calentado a 525 ± 25 °C hasta obtener cenizas blancas. Este proceso dura normalmente dos horas (8.3).

Dejar enfriar la muestra unos 30 minutos en el desecador (5.4) y pesar.

7. Expresión de los resultados

7.1. Fórmula y método de cálculo

El contenido en cenizas sulfatadas expresado en tanto por ciento de la masa de la muestra de análisis será igual a:

$$S = \frac{m_i}{m_0} \times 100$$

donde: m_0 = masa inicial, en g, de la muestra analizada,

m_i = masa, en g, de las cenizas sulfatadas.

7.2. Repetibilidad

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

8. Observaciones

- 8.1. Con el fin de evitar una excesiva formación de espuma, añadir el ácido sulfúrico en pequeñas cantidades.
- 8.2. Durante la primera carbonización deberán tomarse todas las precauciones necesarias para evitar las pérdidas de muestra y de cenizas que se producirían si la muestra se hinchara en exceso.
- 8.3. Si la muestra fuere difícil de carbonizar, podrá retirarse el crisol del horno de mufla y mojar el residuo, después de enfriarlo, con algunas gotas de agua antes de colocarlo de nuevo en el horno.

MÉTODO 10

DETERMINACIÓN DEL PODER ROTATORIO (POLARIZACIÓN)

1. Objeto y ámbito de aplicación

El método permite determinar el poder rotatorio de:

- el azúcar semiblanco,
- el azúcar o azúcar blanco,
- el azúcar refinado o azúcar blanco refinado.

2. Definición

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

3. Principio

El poder rotatorio se determina con la ayuda de un sacarímetro o de un polarímetro siguiendo las condiciones descritas en el método siguiente.

4. Reactivos

4.1. *Depurador*: solución de acetato básico de plomo.

Añadir 560 g de acetato básico de plomo aproximadamente 1 000 ml de agua recién hervida.

Hacer hervir durante 30 minutos y dejar reposar una noche.

Decantar la capa superior y diluir con agua recién hervida para obtener una solución de una densidad absoluta aproximada de 1,25 (densidad absoluta 20 = 1,25 g/ml). Conservar esta solución al abrigo del aire.

4.2. *Éter dietílico*

5. Equipo

- 5.1. *Sacarímetro graduado para un peso normal de 26 g de sacarosa, o polarímetro.*
Este aparato deberá instalarse en un local en el que la temperatura se mantenga a 20 °C aproximadamente. Calibrar el aparato con placas de maizo normalizadas.
- 5.2. Fuente luminosa consistente en una lámpara de vapor de sodio.
- 5.3. Tubos de precisión para polarímetro de 200 mm de longitud, error no superior a $\pm 0,02$ mm.
- 5.4. Balanza analítica, precisión 0,1 mg.
- 5.5. Matraces aforados de 100 ml calibrados individualmente. Los matraces cuya capacidad real se sitúe entre los $100 \pm 0,01$ ml podrán utilizarse sin corrección. Los matraces cuya capacidad se sitúe fuera de estos límites deberán utilizarse con la corrección que sea apropiada para ajustar dicha capacidad a 100 ml.
- 5.6. Baño María controlado por termostato regulado a $20 \pm 0,1$ °C.

6. Procedimiento**6.1. Preparación de la solución**

Pesar lo mas rápidamente posible $26 \pm 0,002$ g de muestra e introducirlos cuantitativamente en un matraz aforado de 100 ml (5.5) con aproximadamente 60 ml de agua.

Disolver agitando y sin calentar.

Cuando sea necesario clarificar, añadir 0,5 ml de reactivo de acetato de plomo (4.1).

Mezclar la solución por rotación, alvar las paredes del matraz y completar el volumen hasta que el menisco quede situado a unos 10 mm por debajo de la marca de calibración.

Colocar el matraz en el baño María regulado a $20 \pm 0,1$ °C hasta que la temperatura de la solución de azúcar sea constante.

Eliminar, si es necesario, las burbujas que se formen en la superficie del líquido con una gota de éter dietílico (4.2).

Completar hasta el volumen total con agua.

Mezclar cuidadosamente, volcando el frasco con la mano un mínimo de tres veces.

Dejar reposar el frasco y su contenido durante 5 minutos.

6.2. Polarización

Mantener la temperatura de $20 \pm 0,1$ °C en todas las operaciones siguientes.

- 6.2.1. Asegurarse de que el aparato está en el punto cero.
- 6.2.2. Filtrar la solución con un papel filtro. Eliminar los 10 primeros ml del filtrado. Recoger a continuación 50 ml del filtrado.
- 6.2.3. Lavar el tubo polarimétrico enjuagándolo dos veces con la solución 6.2.2.
Llenar el tubo cuidadosamente a $20 \pm 0,1$ °C con la solución de sacarosa que se va a examinar.
Eliminar todas las burbujas de aire en el momento de colocar el obturador.
Colocar el tubo lleno en la cavidad del aparato.
- 6.2.4. Leer la rotación con una aproximación de 0,05 °S o 0,02 grados polarimétricos y efectuar cinco determinaciones.
Tomar la media de las cinco lecturas.

7. Presentación de los resultados**7.1. Fórmula y cálculo de los resultados**

Los resultados se expresarán en grados S con una aproximación de 0,1 °S. La transformación de los grados polarimétricos en grados sacarimétricos se hará con ayuda de la fórmula:

$$^{\circ}\text{S} = \text{grado de arco} \times 2,889.$$

7.2. Repetibilidad

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