

# MINISTERIO DE RELACIONES CON LAS CORTES Y DE LA SECRETARÍA DEL GOBIERNO

**3039** *ORDEN de 29 de enero de 1988 por la que se aprueban los métodos oficiales de análisis de zumos de frutas y otros vegetales y sus derivados.*

El Decreto de la Presidencia del Gobierno número 2484/1967, de 21 de septiembre («Boletín Oficial del Estado» de 17 de octubre), que aprueba el Código Alimentario Español, prevé que puedan ser objeto de Reglamentaciones Especiales las materias en él reguladas.

El Real Decreto 667/1983, de 2 de marzo («Boletín Oficial del Estado» del 31), por el que se aprueba la Reglamentación Técnico-Sanitaria para la elaboración y venta de zumos de frutas y otros vegetales y de sus derivados, contempla diversos parámetros que han de cumplir los zumos de frutas.

Por todo lo anterior, es necesario establecer unos métodos oficiales de análisis que garanticen la cuantificación de los parámetros antes mencionados.

En su virtud, a propuesta de los Ministros de Economía y Hacienda; de Industria y Energía; de Agricultura, Pesca y Alimentación, y de Sanidad y Consumo, previo informe preceptivo de la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria y oídos los representantes de los sectores afectados,

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

Primero.—Se aprueban como oficiales los Métodos de Análisis para los Zumos de Frutas y otros vegetales y sus derivados que se citan en el anexo I.

Segundo.—Cuando no existan métodos oficiales para determinados análisis y, hasta tanto los mismos no sean propuestos por el Órgano competente y previamente informados por la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria, podrán ser utilizados los aprobados por los Organismos Nacionales o Internacionales de reconocida solvencia.

## DISPOSICIÓN DEROGATORIA

Quedan derogadas las disposiciones de igual o inferior rango que se opongan a la presente Orden.

Madrid, 29 de enero de 1988.

ZAPATERO GOMEZ

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

## ANEXO I

Métodos oficiales de análisis de zumos de frutas y otros vegetales y sus derivados

### INDICE

1. Preparación de la muestra.
2. Densidad.
3. Extracto seco.
4. pH.
5. Acidez total.
6. Acido isocitríco.
7. Grados Brix.
8. Azúcares.
9. Relación azúcares totales/grados Brix.
10. Acido ascórbico.
11. Nitrógeno total.
12. Índice de formol.
13. Cenizas.
14. Fósforo.
15. Potasio.
16. Acido sórbico.
17. Acido benzoico.
- 18 (a). Anhídrido sulfuroso.

#### 1. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

1.1 *Principio.*—Las operaciones descritas a continuación, tienen por finalidad conseguir una muestra para el análisis lo más

homogénea posible. Por ello, toda simplificación o tratamiento insuficiente en esta operación, puede conducir a unos resultados que no sean representativos.

#### 1.2 *Material y aparatos:*

- 1.2.1 Trituradora eléctrica del máximo grado de finura.
- 1.2.2 Balanza.
- 1.2.3 Agitador magnético.

#### 1.3 *Procedimiento:*

1.3.1 Zumos y néctares: Homogeneizar el producto antes de cada toma de muestra. Continuar como indica la metodología de cada determinación.

1.3.2 Cremogenados: Tomar aproximadamente unos 400 gramos de cremogenado y diluir hasta un litro con agua destilada. Mezclar y continuar como en 1.3.1. Los resultados se referirán a 100 gramos de producto, teniendo en cuenta el factor de dilución.

1.3.3 Pulpas: Triturar y obtener el cremogenado. Continuar como en 1.3.2. Los resultados se referirán a 100 gramos del producto, teniendo en cuenta el factor de dilución.

1.3.4 Concentrados y deshidratados: Tomar una cantidad adecuada de concentrado o deshidratado y diluir a un litro con agua destilada, de tal manera que la disolución tenga aproximadamente 10° Brix. En caso de concentrados de tipo pulposo (albaricoque, melocotón, pera, tomate, etc) realizar la dilución a unos 4° Brix. Continuar con la metodología específica de cada determinación. Los resultados se referirán a 100 gramos de producto, teniendo en cuenta la dilución efectuada.

1.3.5 Congelados: Descongelar la muestra a temperatura ambiente y continuar según proceda.

1.3.6 Zumos gasificados: Cuando proceda, eliminar el gas carbónico, por agitación a temperatura ambiente y vacío parcial.

## 2. DENSIDAD

2.1 *Principio.*—La densidad (20 °C/20 °C) del líquido a analizar se determina por medio del picnómetro.

#### 2.2 *Material y aparatos:*

- 2.2.1 Estufa.
- 2.2.2 Desecador.
- 2.2.3 Baño a 20 °C.
- 2.2.4 Balanza analítica sensible a 0,1 miligramos.
- 2.2.5 Picnómetro Reischauer de 50 mililitros o similar.

El picnómetro Reischauer consiste en un matraz de 50 mililitros de capacidad, cerrado con un capuchón esmerilado provisto de un cuello de 6 centímetros de longitud y 4 milímetros de diámetro interior.

- 2.2.6 Erlenmeyer de 500 mililitros.
- 2.2.7 Embudo de 10 centímetros de diámetro.
- 2.2.8 Tubos capilares.

#### 2.3 *Reactivos:*

- 2.3.1 Mezcla crómica.
- 2.3.2 Papel de filtro.

2.4 *Procedimiento.*—Si el líquido a analizar contiene una apreciable cantidad de gas carbónico, eliminar completamente éste agitando fuertemente en un Erlenmeyer durante el tiempo necesario.

#### 2.4.1 *Determinación del peso del picnómetro vacío:*

Limpia el picnómetro con mezcla crómica caliente y enjuagar cuidadosamente con agua destilada. Secar durante tres horas en estufa de 105-108 °C.

Enfriar en el desecador hasta la temperatura ambiente. Pesar, con precisión de cuatro cifras decimales.

#### 2.4.2 *Determinación del peso del picnómetro lleno de agua:*

Llenar el picnómetro hasta la marca con agua destilada. Tapar y ponerlo en un baño de agua a 20 °C durante 20 minutos. Estando la temperatura equilibrada, enrasar el picnómetro (siempre sumergido en el baño de agua) con la ayuda de un capilar.

Secar la parte vacía del cuello del picnómetro con papel de filtro.

Colocar el tapón, retirar el picnómetro del baño de agua y secar cuidadosamente.

Pesar el picnómetro lleno de agua con precisión de cuatro cifras decimales.

#### 2.4.3 *Determinación del peso del picnómetro lleno de muestra:*

Después de vaciar el picnómetro, lavar varias veces con la muestra y proceder como en 2.4.2 sustituyendo el agua por la muestra.

2.5 *Cálculos.*—Calcular la densidad 20 °C/20 °C, aplicando la siguiente fórmula:

$$d = \frac{c - a}{b - a}$$

siendo:

- a = peso picnómetro vacío.
- b = peso picnómetro lleno de agua hasta el enrase.
- c = peso picnómetro lleno de muestra para analizar hasta el enrase.

La densidad obtenida debe expresarse con una precisión de cuatro cifras decimales.

2.6 *Referencias.*—Federation Internationale des Producteurs de Jus de Fruits. Método número 1, 1968.

3. EXTRACTO SECO  
(Sólidos solubles)

3.1 *Principio.*—El contenido en sólidos solubles expresados en g/l se calcula a partir del valor de la densidad, obtenida según el método oficial número 2 y utilizando la tabla I.

TABLA I  
Extracto seco total (g/l)

Densidad relativa con 2 decimales	Tercer decimal de la densidad relativa									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1,00	0	2,6	5,1	7,7	10,3	12,9	15,4	18,0	20,6	23,2
1,01	25,8	28,4	31,0	33,6	36,2	38,8	41,3	43,9	46,5	49,1
1,02	51,7	54,3	56,9	59,5	62,1	64,7	67,3	69,9	72,5	75,1
1,03	77,7	80,3	82,9	85,5	88,1	90,7	93,3	95,9	98,5	101,1
1,04	103,7	106,3	109,0	111,6	114,2	116,8	119,4	122,0	124,6	127,2
1,05	129,8	132,4	135,0	137,6	140,3	142,9	145,5	148,1	150,7	153,3
1,06	155,9	158,6	161,2	163,8	166,4	169,0	171,6	174,3	176,9	179,5
1,07	182,1	184,8	187,4	190,0	192,6	195,2	197,8	200,5	203,1	205,8
1,08	208,4	211,0	213,6	216,2	218,9	221,5	224,1	226,8	229,4	232,0
1,09	234,7	237,3	239,9	242,5	245,2	247,8	250,4	253,1	255,7	258,4
1,10	261,0	263,6	266,3	268,9	271,5	274,2	276,8	279,5	282,1	284,8
1,11	287,4	290,0	292,7	295,3	298,0	300,6	303,3	305,9	308,6	311,2
1,12	313,9	316,5	319,2	321,8	324,5	327,1	329,8	332,4	335,1	337,8
1,13	340,4	343,0	345,7	348,3	351,0	353,7	356,3	359,0	361,6	364,3
1,14	366,9	369,6	372,3	375,0	377,6	380,3	382,9	385,6	388,3	390,9
1,15	393,6	396,2	398,9	401,6	404,3	406,9	409,6	412,3	415,0	417,6
1,16	420,3	423,0	425,7	428,3	431,0	433,7	436,4	439,0	441,7	444,4
1,17	447,1	449,8	452,4	455,2	457,8	460,5	463,2	465,9	468,6	471,3
1,18	473,9	476,6	479,3	482,0	484,7	487,4	490,1	492,8	495,5	498,2
1,19	500,9	503,5	506,2	508,9	511,6	514,3	517,0	519,7	522,4	525,1
1,20	527,8	530,5	533,3	536,0	538,7	541,4	544,1	546,8	549,6	552,3
1,21	555,0	557,7	560,4	563,1	565,8	568,5	571,2	573,9	576,6	579,3
1,22	582,0	584,8	587,5	590,2	593,0	595,7	598,4	601,1	603,9	606,6
1,23	609,3	612,1	614,8	617,5	620,3	623,0	625,7	628,4	631,2	633,9
1,24	636,6	639,4	642,1	644,9	647,6	650,3	653,1	655,8	658,6	661,3
1,25	664,0	666,8	669,5	672,3	675,0	677,7	680,5	683,2	686,0	688,7
1,26	691,4	694,2	697,0	699,8	702,5	705,3	708,1	710,3	713,6	716,4
1,27	719,1	721,9	724,7	727,4	730,2	732,9	735,7	738,5	741,2	744,0
1,28	746,7	749,5	752,3	755,1	757,8	760,6	763,4	766,1	768,9	771,7
1,29	774,4	777,2	780,0	782,8	785,6	788,3	791,1	793,9	796,7	799,5
1,30	802,3	805,0	807,8	810,6	813,4	816,2	819,0	821,8	824,6	827,4
1,31	830,2	833,1	835,9	838,7	841,5	844,3	847,1	849,9	852,7	855,5
1,32	858,3	861,2	864,0	866,8	869,6	872,4	875,3	878,1	880,9	883,7
1,33	886,5	889,4	892,2	895,0	897,9	900,7	903,5	906,4	909,2	912,0
1,34	914,8	917,7	920,5	923,3	926,2	929,0	931,8	934,7	937,5	940,3
1,35	963,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-

3.2 *Material y aparatos.*—Como en (2.2).

TABLA II  
Tabla Interpolar

4.ª decimal de la densidad relativa	1	2	3	4	5	6	7	8	9
g/l del extracto seco.	0,26	0,52	0,78	1,04	1,30	1,56	1,82	2,08	2,34

3.3 *Referencias.*—Método número 8. Federation Internationale des Producteurs de Jus de Fruits. Año 1985.

4. pH

4.1 *Principio.*—Medida potenciométrica a 20 °C, previa eliminación del dióxido de carbono por agitación en frío y con vacío parcial.

4.2 *Material y aparatos:*

- 4.2.1 pH-metro.
- 4.2.2 Electrodo/s para medida de pH.

4.3 *Reactivos:*

4.3.1 Solución tampón pH = 7; disolver 3,522 g de dihidrógeno fosfato de potasio (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>); 14,020 g de monohidrógeno fosfato disódico dodecahidrato (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> · 12H<sub>2</sub>O) y llevar a un litro con agua destilada.

4.3.2 Solución tampón pH = 4; disolver 10,211 g de fitato ácido de potasio (KHC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) (secando una hora a 105 °C) en un litro de agua destilada a 20 °C.

4.4 *Procedimiento.*—Tomar un volumen de muestra exenta de dióxido de carbono y determinar el pH.

4.5 *Expresión de los resultados.*—Expresar el pH medido a 20 °C con uno o dos decimales, según la precisión del aparato.

4.6 *Observaciones:*

4.6.1 Antes de cada nueva medida, limpiar los electrodos con agua destilada y secarlos con papel de filtro.

4.6.2 El calibrado se hace con ayuda de las soluciones tampón siguiendo las indicaciones específicas del aparato.

4.6.3 Para el calibrado, pueden utilizarse soluciones tampón comerciales pero, en cualquier caso, la solución debe ser reciente. No usar una solución tampón que contenga mohos o cualquier clase de sedimentos.

4.7 Referencias.-Método número 11. Federation International des Producteurs de Jus de Fruits. Año 1968.

## 5. ACIDEZ TOTAL

5.1 Principio -Valoración potenciométrica con una disolución alcalina hasta pH = 8,1 de la acidez del zumo o derivado, previa eliminación del dióxido de carbono.

5.2 Material y aparatos:

5.2.1 Phmetro.

5.2.2 Electrodo/s para medida de pH.

5.2.3 Agitador magnético.

5.2.4 Material de vidrio de uso normal en laboratorio.

5.3 Reactivos:

5.3.1 Solución de hidróxido de sodio 0,1 N.

5.4 Procedimiento.-Tomar un volumen de muestra exenta de dióxido de carbono, preparada como en (1.3) en un vaso. Valorar agitando con hidróxido de sodio (5.3.1) hasta pH = 8,1.

5.5 Cálculos.-Los resultados se expresan en gramos de ácido cítrico/100 ml de muestra, teniendo en cuenta el factor de dilución:

$$\text{g de ácido cítrico/100 ml} = \frac{6,4 \cdot V_1 \cdot f \cdot N}{V_2}$$

siendo:

N = Normalidad del hidróxido de sodio.

V<sub>1</sub> = Volumen de hidróxido de sodio (NaOH) 0,1 N utilizados en la valoración.

V<sub>2</sub> = Volumen de muestra tomada.

f = Factor hidróxido de sodio.

5.6 Referencias.-Método número 3. Federation International des Producteurs de Jus de Fruits. Año 1968.

## 6. ACIDO ISOCÍTRICO

6.1 Principio.-El ácido isocítrico se separa de los zumos o derivados con cloruro de bario y se determina enzimáticamente.

En presencia de la enzima isocitrato deshidrogenasa (ICDH) el ácido isocítrico (D-isocitrato) se descarboxila oxidativamente a cetoglutarato por el fosfato del dinucleótido de la nicotinamida-adenina (NADP).

### ICDH



La cantidad de NADPH formada en esta reacción es estequiométrica con la cantidad de isocitrato. El incremento de NADPH se determina por la variación de la absorbancia a 340 nm.

6.2 Material y aparatos:

6.2.1 Cubetas de cuarzo de 1 cm de paso luz.

6.2.2 Espectrofotómetro capaz de medir a 340 nm en el ultravioleta.

6.3 Reactivos:

6.3.1 Carbón activo.

6.3.2 Solución de hidróxido de sodio 4N.

6.3.3 Ácido clorhídrico 4N.

6.3.4 Solución de amoníaco al 25 por 100 p/p, d = 0,91 g/ml.

6.3.5 Acetona.

6.3.6 Solución de cloruro de bario: Disolver 30 g de cloruro de bario dihidratado (BaCl<sub>2</sub> 2H<sub>2</sub>O) en agua destilada y enrasar a 100 ml.

6.3.7 Solución de sulfato de sodio: Disolver 71 mg de sulfato de sodio (Na<sub>2</sub> SO<sub>4</sub> H<sub>2</sub>O) en agua destilada y enrasar a 1 litro.

6.3.8 Solución de sulfato de manganeso: Disolver 125 mg de sulfato de manganeso (Mn SO<sub>4</sub> H<sub>2</sub>O) en 10 ml de agua destilada. La solución es estable seis meses a temperatura ambiente.

6.3.9 Solución tampón pH = 7,0: Disolver 2,42 g de Tris (hidroximetil) aminometano y 35 mg de EDTA-Na<sub>2</sub> 2H<sub>2</sub>O en 80 ml de agua destilada, acidificar hasta pH = 7, con ácido clorhídrico (6.3.3) y enrasar con agua hasta 100 ml. Esta solución es estable por lo menos un año a +4 °C.

6.3.10 Solución tampón pH = 7,4: Disolver 2,42 g de Tris (hidroximetil) - aminometano y 35 mg EDTA-Na<sub>2</sub> 2H<sub>2</sub>O con

80 ml de agua destilada. Acidificar hasta pH = 7,4 con ácido clorhídrico (6.3.3) y enrasar a 100 ml. Esta solución es estable por lo menos un año a +4 °C.

6.3.11 Solución NADP: Disolver 50 miligramos β -nicotinamida-adenina-dinucleótido fosfato disódico (β -NADP-Na<sub>2</sub>) en 5 mililitros de agua bidestilada. Esta solución es estable por lo menos cuatro semanas a +4 °C.

6.3.12 Solución enzima (ICDH): Disolver 10 mg de liofilizado en 1 ml de solución de glicerina (50 por 100 v/v con agua destilada). Esta solución es estable durante cuatro semanas a +4 °C.

6.4 Procedimiento:

6.4.1 Preparación de la muestra:

Tratar 10 ml de muestra con 5 ml de hidróxido de sodio (6.3.2) en un tubo de centrifuga de 100 ml y dejar reposar durante 10 minutos a temperatura ambiente (20 °C).

Añadir 5 ml de ácido clorhídrico (6.3.3) y diluir la solución hasta 25 ml. Añadir 2 ml de solución de amoníaco (6.3.4), 3 ml de cloruro de bario (6.3.6) y 20 ml de acetona (6.3.5). Mezclar perfectamente con una varilla de vidrio. Centrifugar 5 minutos a 3.000 revoluciones por minuto. Decantar el sobrenadante con cuidado y adicionar 20 ml de solución de sulfato de sodio (6.3.7) al precipitado en el tubo de centrifuga y agitar con varilla de vidrio. Disolver el precipitado en baño de agua hirviente agitando frecuentemente durante 10 minutos; enfriar y transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 50 ml enrasando con solución tampón pH = 7 (6.3.9). Transferir el contenido del matraz a otro conteniendo 1 g de carbón activo (6.3.1), dejar reposar 5 minutos y filtrar. El líquido filtrado incoloro y transparente se usa para la determinación del ácido isocítrico en la muestra.

6.4.2 Determinación:

La determinación se realiza a una temperatura aproximada de 20 °C. La absorción máxima de NADPH es a 340 nm.

Poner en las cubetas	Blanco ml	Muestra ml
Tampón pH = 7,4 (6.3.10) .....	3,00	2,00
Sulfato de manganeso (6.3.8) .....	0,10	0,10
Solución NADP (6.3.11) .....	0,10	0,10
Muestra .....	-	1,00
Mezclar, esperar 3 minutos y leer las absorbancias (A <sub>1</sub> , tanto del blanco como de la muestra frente a aire. Empezar la reacción añadiendo:		
Solución enzima ICDH (6.3.12) .....	0,01	0,01

Mezclar y esperar a que la reacción se detenga (4-10 minutos); leer las absorbancias (A<sub>2</sub>). Continuar leyendo las absorbancias a intervalos de 2 minutos hasta que se incremente de forma constante la lectura de absorbancia. Tomar como (A<sub>2</sub>) el primer valor de absorbancia a partir del cual se han observado incrementos constantes.

6.5 Cálculos:

$$\Delta E = (A_2 - A_1) \text{ muestra} - (A_2 - A_1) \text{ blanco}$$

El cálculo de la concentración de ácido isocítrico en función de E sigue la ley de Lambert-Beer. Por tanto el contenido en mg/l de ácido isocítrico vendrá dado por la expresión:

$$C = \frac{M \cdot V_1 \cdot F}{\epsilon \cdot V_2 \cdot \delta} \times \Delta E = 489,36 \times \Delta E$$

siendo:

M = Peso molecular del ácido isocítrico = 192,1.

V<sub>1</sub> = Volumen total introducido en la cubeta en ml.

V<sub>2</sub> = Volumen de muestra utilizada para la determinación en mililitros.

F = Facto de dilución de la muestra.

ε = Coeficiente extinción del NADPH a 340 nm, es 6,3 l/mmol.cm.

δ = Paso de luz de la cubeta en cm espesor.

C = Concentración en mg/l de ácido isocítrico.

Expresar los resultados en mg/l de ácido isocítrico sin decimales.

6.6 Referencias: Método número 54 Federation International des Producteurs de Jus de Fruits. Año 1984.

7. GRADO BRIX

7.1 Principio.-Medida del índice de refracción y conversión en grados Brix mediante las tablas adjuntas.

7.2 Material y aparatos:

7.2.1 Refractómetro provisto del equipo necesario para mantener la temperatura a 20 °C.

7.2.2 Matrices o recipientes de vidrio que cierren herméticamente.

7.3 Procedimiento:

Colocar el refractómetro en un lugar iluminado con luz difusa.

Circular agua a temperatura constante preferiblemente a 20 °C a través de los prismas del refractómetro.

Calibrar el refractómetro con H<sub>2</sub>O destilada a 20 °C, cuyo índice de refracción teórico a dicha temperatura es 1,3330.

Situar la muestra en un envase herméticamente cerrado en un baño a 20 °C y esperar a que alcance dicha temperatura. Medir el índice de refracción.

7.4 Cálculos.-A partir del valor obtenido del índice de refracción se determinan los grados Brix mediante la tabla I.

Expresar los resultados con una cifra decimal.

7.5 Observaciones.-Si se emplea otra temperatura para medir el índice de refracción, corregir los grados Brix utilizando la tabla II.

7.6 Referencias:

7.6.1 Método número 8. Federation International des Producteurs de Jus de Fruits. Año 1962.

7.6.2 Methods Association of Official Analytical Chemists. Reference Tables. Año 1984.

TABLA I

n 20°	Grado Brix	n 20°	Grado Brix	n 20°	Grado Brix	n 20°	Grado Brix
1,3330	0,009	1,3377	3,259	1,3425	6,498	1,3473	9,661
1,3331	0,078	1,3378	3,327	1,3426	6,565	1,3474	9,726
1,3332	0,148	1,3379	3,395	1,3427	6,632	1,3475	9,791
1,3333	0,218	1,3380	3,463	1,3428	6,698	1,3476	9,856
1,3334	0,288	1,3381	3,532	1,3429	6,765	1,3477	9,921
1,3335	0,358	1,3382	3,600	1,3430	6,831	1,3478	9,986
1,3336	0,428	1,3383	3,668	1,3431	6,898	1,3479	10,051
1,3337	0,498	1,3384	3,736	1,3432	6,964	1,3480	10,116
1,3338	0,567	1,3385	3,804	1,3433	7,031	1,3481	10,181
1,3339	0,637	1,3386	3,872	1,3434	7,097	1,3482	10,246
1,3340	0,707	1,3387	3,940	1,3435	7,164	1,3483	10,311
1,3341	0,776	1,3388	4,008	1,3436	7,230	1,3484	10,375
1,3342	0,846	1,3389	4,076	1,3437	7,296	1,3485	10,440
1,3343	0,915	1,3390	4,144	1,3438	7,362	1,3486	10,505
1,3344	0,985	1,3391	4,212	1,3439	7,429	1,3487	10,570
1,3345	1,054	1,3392	4,279	1,3440	7,495	1,3488	10,634
1,3346	1,124	1,3393	4,347	1,3441	7,561	1,3489	10,699
1,3347	1,193	1,3394	4,415	1,3442	7,627	1,3490	10,763
1,3348	1,263	1,3395	4,483	1,3443	7,693	1,3491	10,828
1,3349	1,332	1,3396	4,550	1,3444	7,759	1,3492	10,892
1,3350	1,401	1,3397	4,618	1,3445	7,825	1,3493	10,957
1,3351	1,470	1,3398	4,686	1,3446	7,891	1,3494	11,021
1,3352	1,540	1,3399	4,753	1,3447	7,957	1,3495	11,086
1,3353	1,609	1,3400	4,821	1,3448	8,023	1,3496	11,150
1,3354	1,678	1,3401	4,888	1,3449	8,089	1,3497	11,215
1,3355	1,747	1,3402	4,956	1,3450	8,155	1,3498	11,279
1,3356	1,816	1,3403	5,023	1,3451	8,221	1,3499	11,343
1,3357	1,885	1,3404	5,091	1,3452	8,287	1,3500	11,407
1,3358	1,954	1,3405	5,158	1,3453	8,352	1,3501	11,472
1,3359	2,023	1,3406	5,225	1,3454	8,418	1,3502	11,536
1,3360	2,092	1,3407	5,293	1,3455	8,484	1,3503	11,600
1,3361	2,161	1,3408	5,360	1,3456	8,550	1,3504	11,664
1,3362	2,230	1,3409	5,427	1,3457	8,615	1,3505	11,728
1,3363	2,299	1,3410	5,494	1,3458	8,681	1,3506	11,792
1,3364	2,367	1,3411	5,562	1,3459	8,746	1,3507	11,856
1,3365	2,436	1,3412	5,629	1,3460	8,812	1,3508	11,920
1,3366	2,505	1,3413	5,696	1,3461	8,878	1,3509	11,984
1,3367	2,574	1,3414	5,763	1,3462	8,943	1,3510	12,048
1,3368	2,642	1,3415	5,830	1,3463	9,008	1,3511	12,112
1,3369	2,711	1,3416	5,897	1,3464	9,074	1,3512	12,176
1,3370	2,779	1,3417	5,964	1,3465	9,139	1,3513	12,240
1,3371	2,848	1,3418	6,031	1,3466	9,205	1,3514	12,304
1,3372	2,917	1,3419	6,098	1,3467	9,270	1,3515	12,368
1,3373	2,985	1,3420	6,165	1,3468	9,335	1,3516	12,431
1,3374	3,053	1,3421	6,231	1,3469	9,400	1,3517	12,495
1,3375	3,122	1,3422	6,298	1,3470	9,466	1,3518	12,559
1,3376	3,190	1,3423	6,365	1,3471	9,531	1,3519	12,623
		1,3424	6,432	1,3472	9,596	1,3520	12,686

n 20°	Grado Brix	n 20°	Grado Brix	n 20°	Grado Brix	n 20°	Grado Brix
1,3521	12,750	1,3603	17,863	1,3685	22,781	1,3767	27,518
1,3522	12,813	1,3604	17,924	1,3686	22,840	1,3768	27,575
1,3523	12,877	1,3605	17,985	1,3687	22,899	1,3769	27,632
1,3524	12,940	1,3606	18,046	1,3688	22,958	1,3770	27,688
1,3525	13,004	1,3607	18,107	1,3689	23,017	1,3771	27,745
1,3526	13,067	1,3608	18,168	1,3690	23,075	1,3772	27,802
1,3527	13,131	1,3609	18,229	1,3691	23,134	1,3773	27,858
1,3528	13,194	1,3610	18,290	1,3692	23,193	1,3774	27,915
1,3529	13,258	1,3611	18,351	1,3693	23,251	1,3775	27,971
1,3530	13,321	1,3612	18,412	1,3694	23,310	1,3776	28,028
1,3531	13,384	1,3613	18,473	1,3695	23,369	1,3777	28,084
1,3532	13,448	1,3614	18,534	1,3696	23,427	1,3778	28,141
1,3533	13,511	1,3615	18,595	1,3697	23,486	1,3779	28,197
1,3534	13,574	1,3616	18,655	1,3698	23,544	1,3780	28,253
1,3535	13,637	1,3617	18,716	1,3699	23,603	1,3781	28,310
1,3536	13,700	1,3618	18,777	1,3700	23,661	1,3782	28,366
1,3537	13,763	1,3619	18,837	1,3701	23,720	1,3783	28,422
1,3538	13,826	1,3620	18,898	1,3702	23,778	1,3784	28,479
1,3539	13,890	1,3621	18,959	1,3703	23,836	1,3785	28,535
1,3540	13,953	1,3622	19,019	1,3704	23,895	1,3786	28,591
1,3541	14,016	1,3623	19,080	1,3705	23,953	1,3787	28,648
1,3542	14,079	1,3624	19,141	1,3706	24,011	1,3788	28,704
1,3543	14,141	1,3625	19,201	1,3707	24,070	1,3789	28,760
1,3544	14,204	1,3626	19,262	1,3708	24,128	1,3790	28,816
1,3545	14,267	1,3627	19,322	1,3709	24,186	1,3791	28,872
1,3546	14,330	1,3628	19,382	1,3710	24,244	1,3792	28,928
1,3547	14,393	1,3629	19,443	1,3711	24,302	1,3793	28,984
1,3548	14,456	1,3630	19,503	1,3712	24,361	1,3794	29,040
1,3549	14,518	1,3631	19,564	1,3713	24,419	1,3795	29,096
1,3550	14,581	1,3632	19,624	1,3714	24,477	1,3796	29,152
1,3551	14,644	1,3633	19,684	1,3715	24,535	1,3797	29,208
1,3552	14,707	1,3634	19,745	1,3716	24,593	1,3798	29,264
1,3553	14,769	1,3635	19,805	1,3717	24,651	1,3799	29,320
1,3554	14,832	1,3636	19,865	1,3718	24,709	1,3800	29,376
1,3555	14,894	1,3637	19,925	1,3719	24,767	1,3801	29,432
1,3556	14,957	1,3638	19,985	1,3720	24,825	1,3802	29,488
1,3557	15,019	1,3639	20,045	1,3721	24,883	1,3803	29,544
1,3558	15,082	1,3640	20,106	1,3722	24,941	1,3804	29,600
1,3559	15,144	1,3641	20,166	1,3723	24,998	1,3805	29,655
1,3560	15,207	1,3642	20,226	1,3724	25,056	1,3806	29,711
1,3561	15,269	1,3643	20,286	1,3725	25,114	1,3807	29,767
1,3562	15,332	1,3644	20,346	1,3726	25,172	1,3808	29,823
1,3563	15,394	1,3645	20,406	1,3727	25,230	1,3809	29,878
1,3564	15,456	1,3646	20,466	1,3728	25,287	1,3810	29,934
1,3565	15,518	1,3647	20,525	1,3729	25,345	1,3811	29,989
1,3566	15,581	1,3648	20,585	1,3730	25,403	1,3812	30,045
1,3567	15,643	1,3649	20,645	1,3731	25,460	1,3813	30,101
1,3568	15,705	1,3650	20,705	1,3732	25,518	1,3814	30,156
1,3569	15,767	1,3651	20,765	1,3733	25,576	1,3815	30,212
1,3570	15,829	1,3652	20,825	1,3734	25,633	1,3816	30,267
1,3571	15,891	1,3653	20,884	1,3735	25,691	1,3817	30,323
1,3572	15,953	1,3654	20,944	1,3736	25,748	1,3818	30,378
1,3573	16,016	1,3655	21,004	1,3737	25,806	1,3819	30,434
1,3574	16,078	1,3656	21,063	1,3738	25,863	1,3820	30,489
1,3575	16,140	1,3657	21,123	1,3739	25,921	1,3821	30,544
1,3576	16,201	1,3658	21,183	1,3740	25,978	1,3822	30,600
1,3577	16,263	1,3659	21,242	1,3741	26,035	1,3823	30,655
1,3578	16,325	1,3660	21,302	1,3742	26,093	1,3824	30,711
1,3579	16,387	1,3661	21,361	1,3743	26,150	1,3825	30,766
1,3580	16,449	1,3662	21,421	1,3744	26,207	1,3826	30,821
1,3581	16,511	1,3663	21,480	1,3745	26,265	1,3827	30,876
1,3582	16,573	1,3664	21,540	1,3746	26,322	1,3828	30,932
1,3583	16,634	1,3665	21,599	1,3747	26,379	1,3829	30,987
1,3584	16,696	1,3666	21,658	1,3748	26,436	1,3830	31,042
1,3585	16,758	1,3667	21,718	1,3749	26,493	1,3831	31,097
1,3586	16,819	1,3668	21,777	1,3750	26,551	1,3832	31,152
1,3587	16,881	1,3669	21,836	1,3751	26,608	1,3833	31,207
1,3588	16,943	1,3670	21,896	1,3752	26,665	1,3834	31,262
1,3589	17,004	1,3671	21,955	1,3753	26,722	1,3835	31,317
1,3590	17,066	1,3672	22,014	1,3754	26,779	1,3836	31,372
1,3591	17,127	1,3673	22,073	1,3755	26,836	1,3837	31,428
1,3592	17,189	1,3674	22,132	1,3756	26,893	1,3838	31,482
1,3593	17,250	1,3675	22,192				

# 20"	Grado Brx	# 20"	Grado Brx	# 20"	Grado Brx	# 20"	Grado Brx	# 20"	Grado Brx	# 20"	Grado Brx	# 20"	Grado Brx		
1,3849	32,086	1,3931	36,495	1,4013	40,757	1,4095	44,882	1,4177	48,880	1,4259	52,758	1,4341	56,525	1,4423	60,188
1,3850	32,140	1,3932	36,548	1,4014	40,808	1,4096	44,932	1,4178	48,928	1,4260	52,804	1,4342	56,570	1,4424	60,232
1,3851	32,195	1,3933	36,601	1,4015	40,860	1,4097	44,981	1,4179	48,976	1,4261	52,851	1,4343	56,615	1,4425	60,276
1,3852	32,250	1,3934	36,654	1,4016	40,911	1,4098	45,031	1,4180	49,023	1,4262	52,897	1,4344	56,660	1,4426	60,320
1,3853	32,304	1,3935	36,706	1,4017	40,962	1,4099	45,080	1,4181	49,071	1,4263	52,944	1,4345	56,706	1,4427	60,364
1,3854	32,359	1,3936	36,759	1,4018	41,013	1,4100	45,130	1,4182	49,119	1,4264	52,990	1,4346	56,751	1,4428	60,408
1,3855	32,414	1,3937	36,812	1,4019	41,064	1,4101	45,179	1,4183	49,167	1,4265	53,037	1,4347	56,796	1,4429	60,452
1,3856	32,468	1,3938	36,865	1,4020	41,115	1,4102	45,228	1,4184	49,215	1,4266	53,083	1,4348	56,841	1,4430	60,496
1,3857	32,523	1,3939	36,917	1,4021	41,166	1,4103	45,278	1,4185	49,263	1,4267	53,130	1,4349	56,887	1,4431	60,540
1,3858	32,577	1,3940	36,970	1,4022	41,217	1,4104	45,327	1,4186	49,311	1,4268	53,176	1,4350	56,932	1,4432	60,584
1,3859	32,632	1,3941	37,023	1,4023	41,268	1,4105	45,376	1,4187	49,359	1,4269	53,223	1,4351	56,977	1,4433	60,628
1,3860	32,686	1,3942	37,075	1,4024	41,318	1,4106	45,426	1,4188	49,407	1,4270	53,269	1,4352	57,022	1,4434	60,672
1,3861	32,741	1,3943	37,128	1,4025	41,369	1,4107	45,475	1,4189	49,454	1,4271	53,316	1,4353	57,067	1,4435	60,716
1,3862	32,795	1,3944	37,180	1,4026	41,420	1,4108	45,524	1,4190	49,502	1,4272	53,362	1,4354	57,112	1,4436	60,759
1,3863	32,849	1,3945	37,233	1,4027	41,471	1,4109	45,574	1,4191	49,550	1,4273	53,408	1,4355	57,157	1,4437	60,803
1,3864	32,904	1,3946	37,286	1,4028	41,522	1,4110	45,623	1,4192	49,598	1,4274	53,455	1,4356	57,202	1,4438	60,847
1,3865	32,958	1,3947	37,338	1,4029	41,573	1,4111	45,672	1,4193	49,645	1,4275	53,501	1,4357	57,247	1,4439	60,891
1,3866	33,013	1,3948	37,391	1,4030	41,623	1,4112	45,721	1,4194	49,693	1,4276	53,548	1,4358	57,292	1,4440	60,935
1,3867	33,067	1,3949	37,443	1,4031	41,674	1,4113	45,770	1,4195	49,741	1,4277	53,594	1,4359	57,337	1,4441	60,979
1,3868	33,121	1,3950	37,495	1,4032	41,725	1,4114	45,820	1,4196	49,788	1,4278	53,640	1,4360	57,382	1,4442	61,023
1,3869	33,175	1,3951	37,548	1,4033	41,776	1,4115	45,869	1,4197	49,836	1,4279	53,686	1,4361	57,427	1,4443	61,066
1,3870	33,230	1,3952	37,600	1,4034	41,826	1,4116	45,918	1,4198	49,884	1,4280	53,733	1,4362	57,472	1,4444	61,110
1,3871	33,284	1,3953	37,653	1,4035	41,877	1,4117	45,967	1,4199	49,931	1,4281	53,779	1,4363	57,517	1,4445	61,154
1,3872	33,338	1,3954	37,705	1,4036	41,928	1,4118	46,016	1,4200	49,979	1,4282	53,825	1,4364	57,562	1,4446	61,198
1,3873	33,392	1,3955	37,757	1,4037	41,978	1,4119	46,065	1,4201	50,027	1,4283	53,871	1,4365	57,607	1,4447	61,241
1,3874	33,446	1,3956	37,810	1,4038	42,029	1,4120	46,114	1,4202	50,074	1,4284	53,918	1,4366	57,652	1,4448	61,285
1,3875	33,500	1,3957	37,862	1,4039	42,080	1,4121	46,163	1,4203	50,122	1,4285	53,964	1,4367	57,697	1,4449	61,329
1,3876	33,555	1,3958	37,914	1,4040	42,130	1,4122	46,212	1,4204	50,169	1,4286	54,010	1,4368	57,742	1,4450	61,372
1,3877	33,609	1,3959	37,967	1,4041	42,181	1,4123	46,261	1,4205	50,217	1,4287	54,056	1,4369	57,787	1,4451	61,416
1,3878	33,663	1,3960	38,019	1,4042	42,231	1,4124	46,310	1,4206	50,264	1,4288	54,102	1,4370	57,832	1,4452	61,460
1,3879	33,717	1,3961	38,071	1,4043	42,282	1,4125	46,359	1,4207	50,312	1,4289	54,148	1,4371	57,877	1,4453	61,503
1,3880	33,771	1,3962	38,123	1,4044	42,332	1,4126	46,408	1,4208	50,359	1,4290	54,194	1,4372	57,921	1,4454	61,547
1,3881	33,825	1,3963	38,175	1,4045	42,383	1,4127	46,457	1,4209	50,407	1,4291	54,241	1,4373	57,966	1,4455	61,591
1,3882	33,879	1,3964	38,228	1,4046	42,433	1,4128	46,506	1,4210	50,454	1,4292	54,287	1,4374	58,011	1,4456	61,634
1,3883	33,933	1,3965	38,280	1,4047	42,484	1,4129	46,555	1,4211	50,502	1,4293	54,333	1,4375	58,056	1,4457	61,678
1,3884	33,987	1,3966	38,332	1,4048	42,534	1,4130	46,604	1,4212	50,549	1,4294	54,379	1,4376	58,101	1,4458	61,721
1,3885	34,040	1,3967	38,384	1,4049	42,585	1,4131	46,652	1,4213	50,596	1,4295	54,425	1,4377	58,145	1,4459	61,765
1,3886	34,094	1,3968	38,436	1,4050	42,635	1,4132	46,701	1,4214	50,644	1,4296	54,471	1,4378	58,190	1,4460	61,809
1,3887	34,148	1,3969	38,488	1,4051	42,685	1,4133	46,750	1,4215	50,691	1,4297	54,517	1,4379	58,235	1,4461	61,852
1,3888	34,202	1,3970	38,540	1,4052	42,736	1,4134	46,799	1,4216	50,738	1,4298	54,563	1,4380	58,279	1,4462	61,896
1,3889	34,256	1,3971	38,592	1,4053	42,786	1,4135	46,848	1,4217	50,786	1,4299	54,609	1,4381	58,324	1,4463	61,939
1,3890	34,310	1,3972	38,644	1,4054	42,836	1,4136	46,896	1,4218	50,833	1,4300	54,655	1,4382	58,369	1,4464	61,983
1,3891	34,363	1,3973	38,696	1,4055	42,887	1,4137	46,945	1,4219	50,880	1,4301	54,701	1,4383	58,413	1,4465	62,026
1,3892	34,417	1,3974	38,748	1,4056	42,937	1,4138	46,994	1,4220	50,928	1,4302	54,746	1,4384	58,458	1,4466	62,070
1,3893	34,471	1,3975	38,800	1,4057	42,987	1,4139	47,043	1,4221	50,975	1,4303	54,792	1,4385	58,503	1,4467	62,113
1,3894	34,524	1,3976	38,852	1,4058	43,037	1,4140	47,091	1,4222	51,022	1,4304	54,838	1,4386	58,547	1,4468	62,156
1,3895	34,578	1,3977	38,904	1,4059	43,088	1,4141	47,140	1,4223	51,069	1,4305	54,884	1,4387	58,592	1,4469	62,200
1,3896	34,632	1,3978	38,955	1,4060	43,138	1,4142	47,188	1,4224	51,116	1,4306	54,930	1,4388	58,637	1,4470	62,243
1,3897	34,685	1,3979	39,007	1,4061	43,188	1,4143	47,237	1,4225	51,164	1,4307	54,976	1,4389	58,681	1,4471	62,287
1,3898	34,739	1,3980	39,059	1,4062	43,238	1,4144	47,286	1,4226	51,211	1,4308	55,022	1,4390	58,726	1,4472	62,330
1,3899	34,793	1,3981	39,111	1,4063	43,288	1,4145	47,334	1,4227	51,258	1,4309	55,067	1,4391	58,770	1,4473	62,373
1,3900	34,846	1,3982	39,163	1,4064	43,338	1,4146	47,383	1,4228	51,305	1,4310	55,113	1,4392	58,815	1,4474	62,417
1,3901	34,900	1,3983	39,214	1,4065	43,388	1,4147	47,431	1,4229	51,352	1,4311	55,159	1,4393	58,859	1,4475	62,460
1,3902	34,953	1,3984	39,266	1,4066	43,439	1,4148	47,480	1,4230	51,399	1,4312	55,205	1,4394	58,904	1,4476	62,503
1,3903	35,007	1,3985	39,318	1,4067	43,489	1,4149	47,528	1,4231	51,446	1,4313	55,250	1,4395	58,948	1,4477	62,547
1,3904	35,060	1,3986	39,370	1,4068	43,539	1,4150	47,577	1,4232	51,493	1,4314	55,296	1,4396	58,993	1,4478	62,590
1,3905	35,114	1,3987	39,421	1,4069	43,589	1,4151	47,625	1,4233	51,540	1,4315	55,342	1,4397	59,037	1,4479	62,633
1,3906	35,167	1,3988	39,473	1,4070	43,639	1,4152	47,674	1,4234	51,587	1,4316	55,388	1,4398	59,082	1,4480	62,677
1,3907	35,220	1,3989	39,525	1,4071	43,689	1,4153	47,722	1,4235	51,634	1,4317	55,433	1,4399	59,126	1,4481	62,720
1,3908	35,274	1,3990	39,576	1,4072	43,739	1,4154	47,771	1,4236	51,681	1,4318	55,479	1,4400	59,170	1,4482	62,763
1,3909	35,327	1,3991	39,628	1,4073	43,789	1,4155	47,819	1,4237	51,728	1,4319	55,524	1,4401	59,215	1,4483	62,806
1,3910	35,380	1,3992	39,679	1,4074	43,838	1,4156	47,868	1,4238	51,775	1,4320	55,570	1,4402	59,259	1,4484	62,849
1,3911	35,434	1,3993	39,731	1,4075	43,888	1,4157	47,916	1,4239	51,822	1,4321	55,616	1,4403	59,304	1,4485	62,893
1,3912	35,487	1,3994	39,782	1,4076	43,938	1,4158	47,964	1,4240	51,869	1,4322	55,661	1,4404	59,348	1,4486	62,936
1,3913	35,540	1,3995	39,834	1,4077	43,988	1,4159	48,013	1,4241	51,916	1,4323	55,707	1,4405	59,392	1,4487	62,979
1,3914	35,593	1,3996	39,885	1,4078	44,038	1,4160	48,061	1,4242	51,963	1,4324	55,752	1,4406	59,437	1,4488	63,022
1,3915	35,647	1,3997	39,937	1,4079	44,088	1,4161	48,109	1,4243	52,010	1,4325					

n° 20°	Grado Brax	n° 20°	Grado Brax	n° 20°	Grado Brax	n° 20°	Grado Brax	n° 20°	Grado Brax	n° 20°	Grado Brax	n° 20°	Grado Brax
1.4505	63,754	1.4587	67,228	1.4669	70,617	1.4751	73,924	1.4833	77,152	1.4895	79,544	1.4957	81,894
1.4506	63,797	1.4588	67,270	1.4670	70,658	1.4752	73,963	1.4834	77,191	1.4896	79,582	1.4958	81,932
1.4507	63,840	1.4589	67,312	1.4671	70,698	1.4753	74,003	1.4835	77,230	1.4897	79,620	1.4959	81,969
1.4508	63,882	1.4590	67,354	1.4672	70,739	1.4754	74,043	1.4836	77,269	1.4898	79,659	1.4960	82,007
1.4509	63,925	1.4591	67,396	1.4673	70,780	1.4755	74,083	1.4837	77,308	1.4899	79,697	1.4961	82,044
1.4510	63,968	1.4592	67,437	1.4674	70,821	1.4756	74,123	1.4838	77,347	1.4900	79,735	1.4962	82,082
1.4511	64,011	1.4593	67,479	1.4675	70,861	1.4757	74,162	1.4839	77,386	1.4901	79,773	1.4963	82,119
1.4512	64,054	1.4594	67,521	1.4676	70,902	1.4758	74,202	1.4840	77,425	1.4902	79,811	1.4964	82,157
1.4513	64,097	1.4595	67,563	1.4677	70,943	1.4759	74,242	1.4841	77,463	1.4903	79,850	1.4965	82,194
1.4514	64,139	1.4596	67,604	1.4678	70,984	1.4760	74,282	1.4842	77,502	1.4904	79,888	1.4966	82,232
1.4515	64,182	1.4597	67,646	1.4679	71,024	1.4761	74,321	1.4843	77,541	1.4905	79,926	1.4967	82,269
1.4516	64,225	1.4598	67,688	1.4680	71,065	1.4762	74,361	1.4844	77,580	1.4906	79,964	1.4968	82,307
1.4517	64,268	1.4599	67,729	1.4681	71,106	1.4763	74,401	1.4845	77,619	1.4907	80,002	1.4969	82,344
1.4518	64,311	1.4600	67,771	1.4682	71,146	1.4764	74,441	1.4846	77,657	1.4908	80,040	1.4970	82,381
1.4519	64,353	1.4601	67,813	1.4683	71,187	1.4765	74,480	1.4847	77,696	1.4909	80,078	1.4971	82,419
1.4520	64,396	1.4602	67,854	1.4684	71,228	1.4766	74,520	1.4848	77,735	1.4910	80,116	1.4972	82,456
1.4521	64,439	1.4603	67,896	1.4685	71,268	1.4767	74,560	1.4849	77,774	1.4911	80,154	1.4973	82,494
1.4522	64,481	1.4604	67,938	1.4686	71,309	1.4768	74,599	1.4850	77,812	1.4912	80,192	1.4974	82,531
1.4523	64,524	1.4605	67,979	1.4687	71,349	1.4769	74,639	1.4851	77,851	1.4913	80,231	1.4975	82,569
1.4524	64,567	1.4606	68,021	1.4688	71,390	1.4770	74,678	1.4852	77,890	1.4914	80,269	1.4976	82,606
1.4525	64,609	1.4607	68,063	1.4689	71,431	1.4771	74,718	1.4853	77,928	1.4915	80,307	1.4977	82,643
1.4526	64,652	1.4608	68,104	1.4690	71,471	1.4772	74,758	1.4854	77,967	1.4916	80,345	1.4978	82,681
1.4527	64,695	1.4609	68,146	1.4691	71,512	1.4773	74,797	1.4855	78,006	1.4917	80,383	1.4979	82,718
1.4528	64,737	1.4610	68,187	1.4692	71,552	1.4774	74,837	1.4856	78,045	1.4918	80,421	1.4980	82,755
1.4529	64,780	1.4611	68,229	1.4693	71,593	1.4775	74,876	1.4857	78,083	1.4919	80,459	1.4981	82,793
1.4530	64,823	1.4612	68,270	1.4694	71,633	1.4776	74,916	1.4858	78,122	1.4920	80,497	1.4982	82,830
1.4531	64,865	1.4613	68,312	1.4695	71,674	1.4777	74,956	1.4859	78,160	1.4921	80,534	1.4983	82,867
1.4532	64,908	1.4614	68,353	1.4696	71,714	1.4778	74,995	1.4860	78,199	1.4922	80,572	1.4984	82,905
1.4533	64,950	1.4615	68,395	1.4697	71,755	1.4779	75,035	1.4861	78,238	1.4923	80,610	1.4985	82,942
1.4534	64,993	1.4616	68,436	1.4698	71,795	1.4780	75,074	1.4862	78,276	1.4924	80,648	1.4986	82,979
1.4535	65,035	1.4617	68,478	1.4699	71,836	1.4781	75,114	1.4863	78,315	1.4925	80,686	1.4987	83,016
1.4536	65,078	1.4618	68,519	1.4700	71,876	1.4782	75,153	1.4864	78,353	1.4926	80,724	1.4988	83,054
1.4537	65,120	1.4619	68,561	1.4701	71,917	1.4783	75,193	1.4865	78,392	1.4927	80,762	1.4989	83,091
1.4538	65,163	1.4620	68,602	1.4702	71,957	1.4784	75,232	1.4866	78,431	1.4928	80,800	1.4990	83,128
1.4539	65,205	1.4621	68,643	1.4703	71,998	1.4785	75,272	1.4867	78,469	1.4929	80,838	1.4991	83,165
1.4540	65,248	1.4622	68,685	1.4704	72,038	1.4786	75,311	1.4868	78,508	1.4930	80,876	1.4992	83,202
1.4541	65,290	1.4623	68,726	1.4705	72,078	1.4787	75,350	1.4869	78,546	1.4931	80,913	1.4993	83,240
1.4542	65,333	1.4624	68,768	1.4706	72,119	1.4788	75,390	1.4870	78,585	1.4932	80,951	1.4994	83,277
1.4543	65,375	1.4625	68,809	1.4707	72,159	1.4789	75,429	1.4871	78,623	1.4933	80,989	1.4995	83,314
1.4544	65,417	1.4626	68,850	1.4708	72,199	1.4790	75,469	1.4872	78,662	1.4934	81,027	1.4996	83,351
1.4545	65,460	1.4627	68,892	1.4709	72,240	1.4791	75,508	1.4873	78,700	1.4935	81,065	1.4997	83,388
1.4546	65,502	1.4628	68,933	1.4710	72,280	1.4792	75,547	1.4874	78,739	1.4936	81,103	1.4998	83,425
1.4547	65,544	1.4629	68,974	1.4711	72,320	1.4793	75,587	1.4875	78,777	1.4937	81,140	1.4999	83,463
1.4548	65,587	1.4630	69,016	1.4712	72,361	1.4794	75,626	1.4876	78,816	1.4938	81,178	1.5000	83,500
1.4549	65,629	1.4631	69,057	1.4713	72,401	1.4795	75,666	1.4877	78,854	1.4939	81,216	1.5001	83,537
1.4550	65,672	1.4632	69,098	1.4714	72,441	1.4796	75,705	1.4878	78,892	1.4940	81,254	1.5002	83,574
1.4551	65,714	1.4633	69,139	1.4715	72,482	1.4797	75,744	1.4879	78,931	1.4941	81,291	1.5003	83,611
1.4552	65,756	1.4634	69,181	1.4716	72,522	1.4798	75,784	1.4880	78,969	1.4942	81,329	1.5004	83,648
1.4553	65,798	1.4635	69,222	1.4717	72,562	1.4799	75,823	1.4881	79,008	1.4943	81,367	1.5005	83,685
1.4554	65,841	1.4636	69,263	1.4718	72,602	1.4800	75,862	1.4882	79,046	1.4944	81,405	1.5006	83,722
1.4555	65,883	1.4637	69,304	1.4719	72,643	1.4801	75,901	1.4883	79,084	1.4945	81,442	1.5007	83,759
1.4556	65,925	1.4638	69,346	1.4720	72,683	1.4802	75,941	1.4884	79,123	1.4946	81,480	1.5008	83,796
1.4557	65,967	1.4639	69,387	1.4721	72,723	1.4803	75,980	1.4885	79,161	1.4947	81,518	1.5009	83,833
1.4558	66,010	1.4640	69,428	1.4722	72,763	1.4804	76,019	1.4886	79,199	1.4948	81,555	1.5010	83,870
1.4559	66,052	1.4641	69,469	1.4723	72,803	1.4805	76,058	1.4887	79,238	1.4949	81,593	1.5011	83,907
1.4560	66,094	1.4642	69,510	1.4724	72,843	1.4806	76,098	1.4888	79,276	1.4950	81,631	1.5012	83,944
1.4561	66,136	1.4643	69,551	1.4725	72,884	1.4807	76,137	1.4889	79,314	1.4951	81,668	1.5013	83,981
1.4562	66,178	1.4644	69,593	1.4726	72,924	1.4808	76,176	1.4890	79,353	1.4952	81,706	1.5014	84,018
1.4563	66,221	1.4645	69,634	1.4727	72,964	1.4809	76,215	1.4891	79,391	1.4953	81,744	1.5015	84,055
1.4564	66,263	1.4646	69,675	1.4728	73,004	1.4810	76,254	1.4892	79,429	1.4954	81,781	1.5016	84,092
1.4565	66,305	1.4647	69,716	1.4729	73,044	1.4811	76,294	1.4893	79,468	1.4955	81,819	1.5017	84,129
1.4566	66,347	1.4648	69,757	1.4730	73,084	1.4812	76,333	1.4894	79,506	1.4956	81,856	1.5018	84,166
1.4567	66,389	1.4649	69,798	1.4731	73,124	1.4813	76,372						
1.4568	66,431	1.4650	69,839	1.4732	73,164	1.4814	76,411						
1.4569	66,473	1.4651	69,880	1.4733	73,204	1.4815	76,450						
1.4570	66,515	1.4652	69,921	1.4734	73,244	1.4816	76,489						
1.4571	66,557	1.4653	69,962	1.4735	73,285	1.4817	76,528						
1.4572	66,599	1.4654	70,003	1.4736	73,325	1.4818	76,567						
1.4573	66,641	1.4655	70,044	1.4737	73,365	1.4819	76,607						
1.4574	66,683	1.4656	70,085	1.4738	73,405	1.4820	76,646						
1.4575	66,725	1.4657	70,126	1.4739	73,445	1.4821	76,685						
1.4576	66,767	1.4658	70,167	1.4740	73,485	1.4822	76,724						
1.4577	66,809	1.4659	70,208	1.4741	73,524	1.4823	76,763						
1.4578	66,851	1.4660	70,249	1.4742	73,564	1.4824	76,802						
1.4579	66,893	1.4661	70,290	1.4743	73,604	1.4825	76,841						
1.4580	66,935	1.4662	70,331	1.4744	73,644	1.4826	76,880						
1.4581	66,977	1.4663	70,372	1.4745	73,684	1.4827	76,919						
1.4582	67,019	1.4664	70,413	1.4746	73,724	1.4828	76,958						
1.4583	67,061	1.4665	70,453	1.4747	73,764	1.4829	76,997						
1.4584	67,103	1.4666	70,494	1.4748	73,804	1.4830	77,036						
1.4585	67,145	1.4667	70,535	1.4749	73,844	1.4831	77,075						

Temperatura °C	GRADO BRIX										
	0	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70
	Sumar										
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	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	0,16	0,16	0,16
23	0,19	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	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	0,32	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
26	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,46	0,47	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
28	0,56	0,57	0,60	0,61	0,62	0,63	0,63	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
30	0,72	0,74	0,77	0,78	0,79	0,80	0,80	0,81	0,81	0,81	0,81

8. AZÚCARES

8.1 Principio.—Eliminación previa de todas las materias reductoras distintas de los azúcares, por defecación y posterior valoración basada en la acción reductora de los azúcares sobre una solución cupro-alcalina. Para la determinación de azúcares no reductores es necesario proceder a una hidrólisis previa.

8.2 Material y aparatos.

- 8.2.1 Material necesario para volumetrias.
- 8.2.2 Baño de agua.
- 8.2.3 Erlenmeyer de 300 ml con refrigerante de reflujo.

8.3 Reactivos.

- 8.3.1 Solución de ácido sulfúrico del 25 por 100 (6 N).
- 8.3.2 Solución de ácido clorhídrico del 32 por 100, d = 1.16 g/ml.
- 8.3.3 Solución de hidróxido de potasio del 30 por 100.
- 8.3.4 Solución de hidróxido de potasio del 0.5 por 100.
- 8.3.5 Solución de yoduro de potasio: Disolver 30 g de KI en 100 ml de agua destilada.
- 8.3.6 Solución de almidón: Disolver 1 g de almidón en 100 ml de agua destilada.
- 8.3.7 Solución de Carrez I: Disolver 150 g de hexacianoferrato (II) de potasio trihidrato [K<sub>4</sub> Fe(CN)<sub>6</sub> · 3H<sub>2</sub>O] en un litro de agua.
- 8.3.8 Solución Carrez II: Disolver 300 g de sulfato de cinc heptahidrato (Zn SO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O) en un litro de agua.
- 8.3.9 Solución de Luff-Schoorl: Disolver 50 g de ácido cítrico C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> · H<sub>2</sub>O en 500 ml de agua y 143,7 g de carbonato de sodio anhidro en 350 ml de agua tibia, cuando se haya enfriado, mezclar con cuidado ambas soluciones.  
Disolver 25 g de sulfato de bore (II) pentahidrato (Cu SO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O) en 100 ml de agua. Añadir a la solución anterior y enrasar con agua hasta un litro.
- 8.3.10 Solución de tiosulfato de sodio (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O) 0,1 N (24,8 g/l).
- 8.3.11 Solución de fenolftaleína: Disolver 0,1 g de fenolftaleína en 100 ml de etanol.

8.4 Procedimiento.

8.4.1 Preparación de la muestra: Tomar una cantidad conveniente de muestra (2-5 ml). Diluir con agua. Añadir 5 ml de la solución Carrez I (8.3.7) y 5 ml de la solución Carrez II (8.3.8). Mezclar y enrasar hasta 250 ml con agua. Dejar reposar y filtrar.

8.4.2 Determinación de azúcares antes de la inversión. Azúcares reductores: tomar 25 ml de la muestra filtrada (que no contenga más de 50 mg de azúcares) en un matraz con 25 ml de la solución de Luff-Schoorl (8.3.9). Añadir unas perlas de vidrio y conectar el refrigerante de reflujo. Calentar el matraz con potente llama hasta alcanzar en dos minutos la ebullición y mantener ésta durante diez minutos exactamente. Enfriar con agua y cuando el matraz esté frío, añadir con cuidado 10 ml de yoduro de potasio (8.3.5), 25 ml de ácido sulfúrico (8.3.1) y 2 ml de solución de almidón (8.3.6). Valorar con tiosulfato de sodio (8.3.10) hasta viraje del indicador. Si se hubieran empleado menos de 5 ml de la valoración, repetir la determinación utilizando una dilución de la muestra más adecuada.

Realizar paralelamente un ensayo en blanco empleando 25 ml de agua destilada:

D<sub>1</sub>-número de mililitros de tiosulfato de sodio 0,1N empleados en la valoración del blanco.

D<sub>2</sub>-número de mililitros de tiosulfato de sodio 0,1N empleados en la valoración de la muestra.

8.4.3 Determinación de los azúcares después de la inversión:

Azúcares totales: En un matraz de 100 ml mezclar 50 ml de filtrado obtenido en (8.4.1) con 5 ml de ácido clorhídrico (8.3.2) y

llevar el matraz al baño de agua a 70 °C, donde la muestra adquirirá 67 °C en dos o tres minutos. Mantener la muestra entre 67-70 °C, cinco minutos. Enfriar a unos 20° C y neutralizar con hidróxido de potasio (8.3.3) y (8.3.4) utilizando fenolftaleína (8.3.11) como indicador. Enrasar a 100 ml con agua y continuar como en (8.4.2). Realizar paralelamente un ensayo en blanco.

D<sub>3</sub>-número de mililitros de tiosulfato de sodio 0,1N empleados en la valoración del blanco.

D<sub>4</sub>-número de mililitros de tiosulfato de sodio 0,1N empleados en la valoración de la muestra.

8.5 Cálculos.—Con los valores D<sub>3</sub> y D<sub>6</sub> y de la tabla I se obtienen los contenidos en mg de glucosa (A) y (B) (interpolarse si fuera necesario):

D<sub>5</sub> = D<sub>1</sub> - D<sub>2</sub>; de la tabla I se obtiene el valor (A).  
D<sub>6</sub> = D<sub>3</sub> - D<sub>4</sub>; de la tabla I se obtiene el valor (B).

Azúcares reductores en g glucosa/100 ml =  $\frac{A}{V}$

Azúcares totales en g glucosa/100 ml =  $2 \frac{B}{V}$

Siendo:

V = Volumen de muestra

8.6 Observaciones.—Determinar el factor de tiosulfato de sodio (8.3.10) y tenerlo en cuenta al calcular D<sub>1</sub>, D<sub>2</sub>, D<sub>3</sub>, D<sub>4</sub>

8.7 Referencias.—Método número 4. Federation International des Producteurs de Jus de Fruits. Año 1985.

TABLA I  
Para 25 ml de reactivo de Luff-Schoorl

D = ml de tiosulfato 0,1N	mg de glucosa	Diferencia
1	2,4	2,4
2	4,8	2,4
3	7,2	2,5
4	9,7	2,5
5	12,2	2,5
6	14,7	2,6
7	17,2	2,6
8	19,8	2,6
9	22,4	2,6
10	25,0	2,6
11	27,6	2,7
12	30,3	2,7
13	33,0	2,7
14	35,7	2,7
15	38,5	2,8
16	41,3	2,9
17	44,2	2,9
18	47,1	2,9
19	50,0	3,0
20	53,0	3,0
21	56,0	3,0
22	59,1	3,1
23	62,2	

9. RELACIÓN AZÚCARES TOTALES/GRADOS BRIX

9.1 Principio.—Estimación del contenido de azúcares totales del zumo o derivado frente a sus grados Brix.

9.2 Material y aparatos:

9.2.1 Como en 7.2 y 8.2.

9.3 Procedimiento.—Dividir el contenido de los azúcares totales obtenidos en 8.5 entre los grados Brix obtenidos en 7.4.

9.4 Expresión de resultados.—Expresar los resultados con dos cifras decimales.

10. ACIDO ASCÓRBICO

10.1 Principio.—Separación, identificación y cuantificación del ácido ascórbico por cromatografía de líquidos de alta eficacia detectándolo en el ultravioleta a 268 nm.

10.2 Material y aparatos:

10.2.1 Equipo de filtración de muestra y disolvente para eliminar partículas superiores a 0,5 µm.

10.2.2 Cromatógrafo de líquidos equipado con detector de ultravioleta de longitud de onda variable y registrador.

10.2.3 Columna  $\text{NH}_2$ -Lichorsorb de  $250 \times 4,6$  milímetros de  $10 \mu\text{m}$  o similar.

### 10.3 Reactivos:

10.3.1 Solución patrón de ácido ascórbico en agua destilada de 300 miligramos/litro preparada en el día y conservada en matraz color topacio.

#### 10.3.2 Solución A:

Tampón fosfato, pH 3,5. Disolución 0,005 M de dihidrógeno fosfato de potasio ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ).

Filtrar esta solución con 10.2.1.

#### 10.3.3 Solución B:

Acetonitrilo para HPLC.

### 10.4 Procedimiento:

10.4.1 Condiciones cromatográficas orientativas:

Fase móvil:

Tampón fosfato/acetonitrilo: 60 : 40 (v/v).

Flujo: 1 mililitro/minuto.

10.4.2. Calibrado: Inyectar en el cromatógrafo entre 10 y  $20 \mu\text{l}$  de la solución patrón 10.3.1 y calcular el factor de respuesta:

$$\text{Factor de respuesta (F)} = \frac{C_o}{A_p}$$

Siendo:

$C_o$  = Concentración en miligramos/litro de ácido ascórbico.

$A_p$  = Área del pico en el cromatograma de la solución patrón.

10.4.3 Determinación: Homogeneizar. Filtrar con 10.2.1 e inyectar de 10 a  $20 \mu\text{l}$  en el cromatógrafo.

10.5 Cálculos.—El contenido de ácido ascórbico expresado en miligramos/litro (sin decimales), se obtendrá mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Acido ascórbico (miligramo/litro)} = F \times A_c$$

Siendo:

F = Factor de respuesta.

$A_c$  = Área del pico A. ascórbico en la muestra.

### 10.6 Observaciones:

10.6.1 La determinación de ácido ascórbico se realizará inmediatamente después de la apertura del envase.

10.6.2 Con este método no se determina ácido dehidroascórbico.

10.6.3 En algunos casos es necesaria la centrifugación previa de la muestra.

## 11. NITRÓGENO TOTAL

11.1 Principio.—Digestión del producto con ácido sulfúrico concentrado, en presencia de catalizador, en la cual se transforma el nitrógeno orgánico en iones amonio que, en medio fuertemente básico, es desplazado en forma de amoníaco y recogido sobre ácido bórico. La posterior valoración con ácido clorhídrico permite el cálculo de la cantidad inicialmente presente de nitrógeno orgánico y amoniacal en la muestra.

### 11.2 Material y aparatos:

11.2.1 Aparato Kjeldahl o similar.

### 11.3 Reactivos:

11.3.1 Acido sulfúrico concentrado 96 por 100  $d = 1,84$  gramos/mililitros.

11.3.2 Mezcla catalizadora: 100 gramos  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ; 10 gramos  $\text{Cu}_2\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  y 1 gramo de selenio en polvo.

11.3.3 Solución de hidróxido sódico al 40 por 100 p/v.

11.3.4 Solución de ácido bórico al 4 por 100 p/v.

11.3.5 Solución de ácido clorhídrico 0,05 N.

11.3.6 Indicador: Pesar 105 miligramos de rojo de metilo y 150 miligramos de verde de bromocresol y disolver a 100 mililitros con etanol.

### 11.4 Procedimiento:

Poner en un matraz Kjeldahl una cantidad adecuada de muestra (5-10 mililitros) e introducir sucesivamente 20 mililitros de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado (11.3.1) y 6 gramos de catalizador (11.3.2). Mezclar suavemente por rotación y colocar el matraz en batería

calefactora poniendo un embudo adecuado en la boca. Calentar suavemente al principio y cuando el conjunto comienza a decolorarse, aumentar la intensidad de la calefacción. Mantener esta hasta decoloración completa, prolongándola durante unos minutos.

Dejar enfriar hasta temperatura ambiente y añadir agua, disolviendo por rotación suave el sulfato potásico cristalizado.

En un Erlenmeyer de 100 mililitros, poner 10 mililitros de ácido bórico al 4 por 100 (11.3.4) y unas gotas de indicador (11.3.6). Introducir hasta el fondo en el Erlenmeyer la alargadera del aparato de destilación.

Agregar en el matraz de destilación unos 30 mililitros de NaOH 40 por 100 (11.3.3) y agua destilada. Calentar hasta ebullición y recoger el destilado hasta arrastre completo del amoníaco de la muestra.

Retirar el Erlenmeyer, lavar la alargadera y el interior del refrigerante recogiendo las aguas de lavado sobre el destilado. Valorar con HCl 0,05 N (11.3.5) hasta viraje del indicador. Efectuar simultáneamente una prueba en blanco.

11.5 Cálculo.—El resultado se expresará en miligramos de nitrógeno/100 miligramos.

$$\text{Miligramos de nitrógeno/100 miligramos} = \frac{1401 \cdot (V_1 - V_2) \cdot N \cdot f}{V}$$

Siendo:

$V_1$  = Volumen, en mililitros, de HCl gastados en la valoración.

$V_2$  = Volumen, en mililitros, de HCl gastados en el ensayo en blanco.

f = Factor de HCl.

N = Normalidad del HCl.

V = Volumen de la muestra, en mililitros.

### 11.6 Referencias:

11.6.1 Norma ISO. R 937.

11.6.2 Método número 28. Federation International des Producteurs de Jus de Fruits. Año 1965.

## 12. INDICE DE FORMOL

12.1 Principio.—Valoración de la acidez de los compuestos formados por la reacción del formaldehído con los  $\alpha$ -aminoácidos.

### 12.2 Material y aparatos:

12.2.1 pH-metro.

12.2.2 Electrodo/s de medida de pH.

12.2.3 Material de uso normal en laboratorio.

### 12.3 Reactivos:

12.3.1 Solución de hidróxido de sodio 0,1 N.

12.3.2 Agua oxigenada al 30 por 100.

12.3.3 Solución del formaldehído. Llevar el formaldehído, del 35 por 100, como mínimo, a pH 8,1, mediante la solución de hidróxido de sodio (12.3.1), utilizando el pH-metro. Comprobar cada hora.

12.4 Procedimiento.—Poner 25 mililitros de muestra en un vaso, neutralizar con hidróxido de sodio (12.3.1) hasta pH 8,1, utilizando el pH-metro. Añadir 10 mililitros de la solución de formaldehído (12.3.3) y mezclar. Al cabo de un minuto, efectuar la valoración potenciométrica de la solución problema con la solución de hidróxido de sodio (12.3.1) hasta pH 8,1.

Si se hubieran utilizado más de 20 mililitros de la solución de hidróxido de sodio, deberá realizarse de nuevo la valoración empleando 15 mililitros de solución de formaldehído, en lugar de 10 mililitros.

Si la muestra contiene dióxido de azufre, añadir algunas gotas de agua oxigenada (12.3.2) antes de la neutralización.

12.5 Cálculos.—El índice de formol de la muestra analizada es igual a la cantidad de solución alcalina utilizada en la valoración, expresada en mililitros de hidróxido de sodio 0,1 N (con una cifra decimal) y que corresponden a 100 mililitros de muestra:

$$\text{I.F.} = \frac{V \cdot f \cdot 100}{V'}$$

Siendo:

V = Volumen de hidróxido de sodio 0,1 N empleado en la determinación.

f = Factor del hidróxido de sodio empleado.

V' = Volumen de muestra empleado en la determinación.

12.6 Observaciones.—En zumo de limón diluir 1/1 con  $\text{H}_2\text{O}$  destilada antes de efectuar la valoración.

12.7 Referencias.—Método número 30. Federation International des Producteurs de Jus de Fruits. Año 1984.



## 13. CENIZAS

13.1 *Principio.*—Se denominan cenizas de un zumo o derivado, al conjunto de los productos de incineración del residuo obtenido tras la evaporación de la muestra, de manera que se puedan obtener todos los cationes (excepto amonio) en forma de carbonatos y otras sales minerales anhidras.

13.2 *Material y aparatos:*

13.2.1 Cápsula de platino, cuarzo o similar de unos 80 milímetros de diámetro, con fondo plano.

13.2.2 Baño de agua y baño de arena.

13.2.3 Horno o mufla eléctrica.

13.2.4 Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 miligramo.

13.3 *Procedimiento.*—Poner un volumen adecuado de muestra (25 mililitros) bien homogeneizado en cápsula tarada. Evaporar con precaución en el baño de agua. Añadir al residuo seco unas gotas de aceite de oliva, calentar lentamente en el baño de arena hasta que la mayor parte de la sustancia orgánica esté carbonizada. Introducir la cápsula en el horno o mufla a 525 °C (aproximadamente de seis a ocho horas).

En caso de que la carbonización no fuese completa, humedecer las cenizas con agua destilada, evaporar de nuevo y calcinar. Repetir esta operación tantas veces como sea preciso hasta la obtención de cenizas blancas.

Enfriar la cápsula en un desecador (unos treinta minutos) y pesar.

13.4 *Cálculos.*—El contenido en cenizas expresado en gramos/100 mililitros vendrá dado por la siguiente fórmula:

$$\text{Cenizas (g/100 ml muestra)} = \frac{(P_2 - P_1) 100}{V}$$

Siendo:

$P_1$  = Peso en gramos de la cápsula vacía.

$P_2$  = Peso en gramos de las cenizas más la cápsula.

$V$  = Volumen de la muestra en mililitros.

13.5 *Observaciones.*—En algún caso las cenizas pueden presentar una ligera coloración, que es aceptada y no requiere un posterior tratamiento.

13.6 *Referencias.*—Método número 9. Federation International des Producteurs de Jus de Fruits. Año 1962.

## 14. FÓSFORO

14.1 *Principio.*—Transformación de los compuestos fosforados en ortofosfatos y posterior valoración espectrofotométrica como fosfomolibdovanadato.

14.2 *Material y aparatos:*

14.2.1 Espectrofotómetro o colorímetro capaz de efectuar lecturas a 400 nm.

14.2.2 Baño de arena.

14.3 *Reactivos:*

14.3.1 Ácido colhídrico 36% d = 1,18 g/ml.

14.3.2 Ácido nítrico 70% d = 1,42 g/ml.

14.3.3 Solución de molibdato amónico: Disolver 20 gramos de molibdato amónico tetrahidrato  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  en 200 mililitros de agua caliente.

14.3.4 Solución de metavanadato amónico: Disolver 1 gramo de metavanadato amónico  $(\text{NH}_4)\text{VO}_3$  en 300 mililitros de agua destilada caliente, enfriar y añadir 140 mililitros de ácido nítrico (14.3.2).

14.3.5 Solución de metamolibdovanadato: Verter lentamente y agitando la solución de molibdato amónico (14.3.3) sobre la solución de metavanadato amónico (14.3.4) y enrasar con agua destilada, a 1 litro.

14.3.6 Ácido sulfúrico concentrado 96% d = 1,84 g/ml.

14.3.7 Solución patrón de fosfato: Disolver 4,3885 gramos de dihidrógeno fosfato de potasio  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (previamente desecado dos horas a 105 °C) en agua destilada, añadir 2 mililitros de ácido sulfúrico (14.3.6) y diluir a 1 litro (1 mililitro contiene 1 miligramo de P).

14.4 *Procedimiento:*14.4.1 *Preparación de la muestra:*

Disolver las cenizas obtenidas en el método número 13 en 5 mililitros de HCl (14.3.1) y 2 mililitros de  $\text{HNO}_3$  (14.3.2). Hervir suavemente durante quince minutos en baño de arena. Llevar a un matraz de 50 mililitros y enrasar con agua destilada.

Realizar paralelamente un ensayo en blanco.

14.4.2 *Desarrollo del color:* Tomar 5 mililitros de las soluciones obtenidas en (14.4.1) en un matraz aforado de 50 mililitros. Llevar hasta 10 mililitros con agua destilada. Añadir 10 mililitros del reactivo (14.3.5) y enrasar a 50 mililitros con agua destilada. Después de treinta minutos, leer las absorbancias a 400 nm.

14.4.3 *Curva patrón:* Diluir 10 mililitros de la solución patrón (14.3.7) en 250 mililitros de agua destilada. (1 mililitro de esta solución contiene 40 µg de P). Tomar 0, 2, 3, 4, 5 y 10 mililitros de la solución de 40 µg/mililitro (con un contenido de 0, 80, 120, 160, 200 y 400 µg). Continuar como en (14.4.2) y trazar la curva de calibrado.

14.5 *Cálculos.*—El contenido en P total expresado en miligramos de P/100 mililitros de muestra, se obtiene comparando las absorbancias de la muestra con la curva patrón, teniendo en cuenta el blanco y el factor de dilución.

$$\text{mg de P/100 ml} = \frac{A}{V}$$

Siendo:

$A$  = µg de P leídos en la curva patrón.

$V$  = Volumen de la muestra en mililitros.

14.6 *Referencias.*—Método número 50. Federation International des Producteurs de Jus de Fruits. Año 1983.

## 15. POTASIO

15.1 *Principio.*—El potasio se determina por espectrofotometría de absorción atómica o fotometría de llama, previa adición de cloruro de litio, para evitar la ionización parcial de los metales en la llama.

15.2 *Material y aparatos:*

15.2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica o fotómetro de llama.

15.2.2 Material de uso normal en laboratorio.

15.3 *Reactivos:*

15.3.1 Solución de potasio de 1.000 miligramos/litro: Disolver 1,907 gramos de cloruro de potasio (KCl), en un litro de agua destilada.

15.3.2 Solución de cloruro de litio: Disolver 37,3 gramos de cloruro de litio (LiCl) en 100 mililitros de agua destilada.

15.3.3 Soluciones de potasio de 0, 1, 2, 3, 5, 7 miligramos/litro, preparadas a partir de (15.3.1), previa adición de la cantidad necesaria de cloruro de litio, para que el litio se encuentre en una proporción de aproximadamente 2.000 miligramos/litros.

15.4 *Procedimiento.*—Centrifugar un volumen adecuado de muestra. Tomar 1 cc. del sobrenadante y efectuar la dilución conveniente con agua destilada (previa adición de la cantidad necesaria de cloruro de litio para que el litio se encuentre en una proporción de aproximadamente 2.000 miligramos/litro). Leer en absorción atómica o fotometría de llama a 766-770 milímetros frente a las soluciones de referencia.

15.5 *Cálculos.*—El contenido de potasio se calcula a partir del valor obtenido, por comparación con la curva patrón, teniendo en cuenta la dilución efectuada. Los resultados se expresan en miligramos de potasio/100 mililitros de muestra.

15.6 *Observaciones:*

15.6.1 Puede utilizarse una solución de 40 gramos/litro de cloruro de cesio en lugar de cloruro de litio, siendo en este caso la concentración adecuada de cloruro de cesio en las disoluciones de las muestras y patrones entre 0,1 - 0,4 por 100.

15.7 *Referencias:*

15.7.1 Federation International des Producteurs de Jus de Fruits. Método número 33. Año 1984.

15.7.2 Métodos Association of Official Analytical Chemists. Ed. 1984.

## 16. ACIDO SÓRBICO

16.1 *Principio.*—Separación, identificación y cuantificación del ácido sórbico por cromatografía de líquidos de alta eficacia detectándolo en el ultravioleta a 230 nm.

16.2 *Material y aparatos:*

16.2.1 Equipos de filtración de muestra y disolventes, para eliminar partículas superiores a 0,5 µ m.

16.2.2 Cromatógrafo de líquidos equipado con detector de ultravioleta de longitud de onda variable y registrador.

16.2.3 Columna C-18 de 250 x 4,6 mm de 10 µ m o similar.

16.2.4 Baño de ultrasonido.

**16.3 Reactivos:**

16.3.1 Solución patrón de ácido sórbico en metanol de 50 miligramos/litro.

16.3.2 Solución tampón de fosfatos de pH = 6,6. Disolver 2,5 gramos de hidrógeno fosfato de potasio trihidrato ( $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$ ) y 2,5 gramos de dihidrógeno fosfato de potasio ( $KH_2PO_4$ ) en un litro de agua destilada. Filtrar esta solución con (16.2.1).

16.3.3 Metanol para HPLC.

**16.4 Procedimiento:**

16.4.1 Condiciones cromatográficas orientativas:

Fase móvil: Metanol-tampón fosfato 10 : 90 (V/V).

Flujo: 1 mililitro/minuto.

16.4.2 Calibrado: Inyectar en el cromatógrafo entre 10 y 20  $\mu$ l de la solución patrón (16.3.1), y calcular el factor de respuesta.

$$\text{Factor de respuesta (F)} = \frac{C_o}{A_p}$$

Siendo:

$C_o$  = Concentración, en miligramos/litros, de ácido sórbico.

$A_p$  = Área del pico en el cromatograma de la solución patrón.

16.4.3 Determinación: Tomar 10 mililitros de zumo en un matraz de 50 mililitros y enrasar con metanol. Filtrar e inyectar de 10 y 20  $\mu$ l en el cromatógrafo.

**16.5 Cálculos:**

16.5.1 El contenido en ácido sórbico expresado en miligramos/litros (sin decimales), se obtendrá mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Acido sórbico (mg/l)} = F \times A_1 \times f$$

Siendo:

F = Factor de respuesta.

$A_1$  = Área del pico del ácido sórbico en la muestra.

f = Factor de dilución de la muestra.

16.6 Observaciones.-La sensibilidad puede aumentarse efectuando lecturas a 250 nm.

16.7 Referencias.-T. Stijve and Hischenhuber. Deutsche Lebensmittel-Rundschau/80, Jahrg/Heft 3/1984.

**17. ACIDO BENZOICO**

17.1 Principio.-Separación, identificación y cuantificación del ácido benzoico por cromatografía de líquidos de alta eficacia, detectándolo en el ultravioleta a 230 nm.

**17.2 Material y aparatos:**

17.2.1 Equipos de filtración de muestra y disolventes, para eliminar partículas superiores a 0,5  $\mu$ m.

17.2.2 Cromatógrafo de líquidos equipado con detector de ultravioleta de longitud de onda variable y registrador.

17.2.3 Columna C 18 de 250 x 4,6 milímetros de 10  $\mu$ m o similar.

17.2.4 Baño de ultrasonido.

**17.3 Reactivos:**

17.3.1 Solución patrón de ácido benzoico en metanol de 50 miligramos/litro.

17.3.2 Solución tampón de fosfato de pH = 6,6. Disolver 2,5 gramos de hidrógeno fosfato de potasio trihidrato ( $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$ ) y 2,5 gramos de dihidrógeno fosfato de potasio ( $KH_2PO_4$ ) en un litro de agua. Filtrar esta solución con 17.2.1.

17.3.3 Metanol para HPLC.

**17.4 Procedimiento:**

17.4.1 Condiciones cromatográficas orientativas:

Fase móvil: Metanol-tampón fosfato 10 : 90 (V/V).

Flujo: 1 mililitro/minuto.

17.4.2 Calibrado: Inyectar en el cromatógrafo entre 10 y 20  $\mu$ l de la solución patrón 17.3.1 y calcular el factor de respuesta.

$$\text{Factor de respuesta (F)} = \frac{C_o}{A_p}$$

Siendo:

$C_o$  = Concentración, en miligramos/litro, de ácido benzoico.

$A_p$  = Área del pico en el cromatograma de la solución patrón.

17.4.3 Determinación: Tomar 10 mililitros de zumo en un matraz de 50 mililitros y enrasar con metanol. Filtrar e inyectar de 10 a 20  $\mu$ l en el cromatógrafo.

**17.5 Cálculos:**

17.5.1 El contenido en ácido benzoico expresado en miligramos/litro (sin decimales) se obtendrá mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Acido benzoico (miligramos/litro)} = F \times A_1 \times f$$

Siendo:

F = Factor de respuesta.

$A_1$  = Área del pico del ácido benzoico en la muestra.

f = Factor de dilución de la muestra.

17.6 Observaciones.-La sensibilidad puede aumentarse efectuando lecturas a 217 nm.

17.7 Referencias.-T. Stijve and C. Hischenhuber. Deutsche Lebensmittel-Rundschau/80, Jahrg/Heft 3/1984.

**18 (a). ANHÍDRIDO SULFUROSO**

(Método Paul)

18 (a).1 Principio.-Liberación del sulfuroso libre y combinado por acidificación y posterior calentamiento y oxidación por borboteo en agua oxigenada y valoración con sosa del ácido sulfúrico formado.

**18 (a).2 Material y aparatos:**

18 (a).2.1 Aparato Lieb-Zacherl como se indica en la figura 18 (a).

18 (a).2.2 Mechero de alcohol o similar.

18 (a).2.3 Tubo borboteador provisto de bola hueca en un extremo con unos 20 orificios de 0,2 milímetros de diámetro alrededor del círculo máximo horizontal.

18 (a).2.4 Frasco con agua y tapón atravesado por el tubo que comunica con el borboteador para hacer vacío, y otro tubo sumergido en el agua para acusar la intensidad del vacío por la depresión de la columna de agua en el interior del tubo, depresión que debe mantenerse entre 25-35 centímetros.

18 (a).2.5 Matraz de 250 mililitros.

18 (a).2.6 Refrigerante que condense vapores y deje pasar el gas en recorrido seguro.

**18 (a).3 Reactivos:**

18 (a).3.1 Acido fosfórico al 25 por 100 (p/v).

18 (a).3.2 Agua oxigenada de 0,3 por 100.

18 (a).3.3 Indicador: 0,1 gramos de rojo de metilo y 0,05 gramos de azul de metileno en 100 mililitros de alcohol al 50 por 100.

18 (a).3.4 Solución de hidróxido de sodio 0,01 N.

**18 (a).4 Procedimiento:**

Se toman 100 mililitros de muestra en el matraz del aparato Lieb-Zacherl. Se añaden 20 mililitros de ácido fosfórico [18 (a).3.1] con el matraz ya unido al aparato. En el matraz receptor se ponen 2 ó 3 mililitros de agua oxigenada [18 (a).3.2]. Se neutraliza exactamente con hidróxido de sodio [18 (a).3.4] después de haber añadido dos gotas de la mezcla de indicador y se conecta al aparato.

Se aspira aire a través del aparato con ebullición suave de la muestra durante 15 minutos. El  $SO_2$  liberado se recoge en el matraz receptor transformándose en  $SO_4H_2$  por acción del agua oxigenada.

Este ácido sulfúrico se valora con solución de hidróxido de sodio [18 (a).3.4].

**18 (a).5 Cálculos:**

$$\text{Miligramos } SO_2/\text{litro} = \frac{320 V_1}{V_2}$$

Siendo:

$V_1$  = Volumen, en mililitros, de NaOH N/100.

$V_2$  = Volumen, en mililitros, de muestra utilizada.

**18 (a).6 Observaciones:**

a) El calentamiento de la solución de la muestra se hace mediante un mechero de alcohol con llama de 4-5 centímetros de altura, situada de forma que el matraz sólo sea tocado por el extremo de la llama.

b) El vacío producido por el regulador de presión deberá estar comprendido entre 25 y 35 centímetros.

c) El condensador de reflujo deberá estar provisto de suficiente agua fría.

d) La disolución de hidróxido de sodio utilizada en la valoración debe prepararse diariamente.

e) Este método es aplicable para contenidos, en anhídrido sulfuroso a partir de 10 miligramos/litro.

18 (a).7 Referencias.—Método número 7. Federation International des Producteurs de Jus de Fruits. Año 1968.

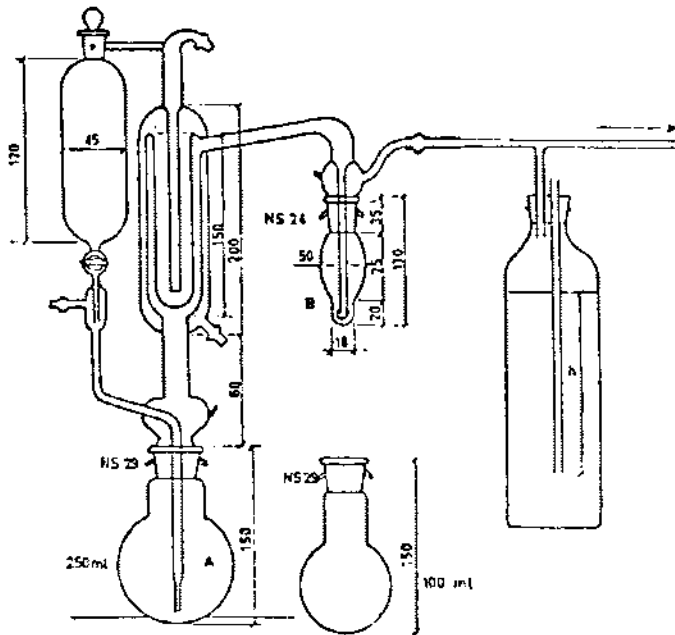


Fig. 18(a).3 Las dimensiones están indicadas en mm. Los diámetros interiores de los tubos concuerdan con las especificaciones que constituyen el refrigerante con 45, 24, 27 y 10 mm.

## COMUNIDAD AUTONOMA DE MADRID

**3040** LEY 3/1987, de 18 de diciembre, por la que se prorroga la vigencia de la Ley 9/1985, de 4 de diciembre, especial para el tratamiento de actuaciones urbanísticas ilegales de la Comunidad de Madrid.

Aprobada por la Asamblea de Madrid la Ley 3/1987, de 18 de diciembre, publicada en el «Boletín Oficial de la Comunidad de

Madrid» número 302, de fecha 21 de diciembre de 1987, se inserta a continuación el texto correspondiente

### EL PRESIDENTE DE LA COMUNIDAD DE MADRID

Hago saber que la Asamblea de Madrid ha aprobado la siguiente Ley, que yo, en nombre del Rey promulgo.

La disposición final segunda de la Ley 9/1985, de 4 de diciembre, especial para el tratamiento de actuaciones urbanísticas ilegales en la Comunidad de Madrid, estableció, para la Ley misma, un plazo de vigencia de dos años, a partir de la fecha de su entrada en vigor, sin perjuicio de las prórrogas que, en su caso, pudieran establecerse por la Asamblea de Madrid.

Estando próximo a cumplirse el plazo mencionado, de los informes que, de acuerdo con la disposición final tercera de la propia Ley y con periodicidad semestral, han sido remitidos por el Consejo de Gobierno a la Asamblea de Madrid, se desprende que han sido objeto de tratamiento un elevado número de actuaciones ilegales, hallándose en estado de tramitación muchas otras, con lo que quedaría cubierto el programa inicialmente planteado en una proporción del 75 por 100, en lo que afecta a superficie del terreno y número de parcelas afectadas.

Con el fin de completar los efectos regularizadores de la Ley, extendiendo el tratamiento previsto por la misma a la totalidad de las actuaciones ilegales inicialmente consideradas, resulta conveniente prorrogar, por un año más, la vigencia de aquella, que expira el día 21 de diciembre de 1987.

Artículo único.—1. Queda prorrogado, por término de un año, el periodo de vigencia de la Ley 9/1985, de 4 de diciembre, especial para el tratamiento de actuaciones urbanísticas ilegales de la Comunidad de Madrid.

2. Durante la vigencia de la prórroga a que se refiere el apartado anterior, por el Consejo de Gobierno se remitirán, a la Asamblea de Madrid, los informes a que se refiere la disposición final tercera de la Ley prorrogada, en los plazos y con los requisitos previstos en dicha disposición.

### DISPOSICIONES FINALES

Primera.—Por el Consejo de Gobierno se dictarán las disposiciones que sean necesarias para el desarrollo y ejecución de la presente Ley.

Segunda.—La presente Ley entrará en vigor el mismo día de su publicación en el «Boletín Oficial de la Comunidad de Madrid».

Por tanto, ordeno a todos los ciudadanos a los que sea de aplicación esta Ley, que la cumplan y a los Tribunales y autoridades que corresponda la guarden y la hagan guardar.

Madrid, 18 de diciembre de 1987.

JOAQUIN LEGUINA HERRAN,  
Presidente de la Comunidad de Madrid