Este documento es un instrumento de documentación y no compromete la responsabilidad de las instituciones

►B ►M2 **REGLAMENTO (CEE) Nº 1764/86 DE LA COMISIÓN**

de 27 de mayo de 1986

por el que se determina los requisitos de calidad mínimos para los productos transformados a base de tomates dentro del régimen de ayuda a la producción ◄

(DO L 153 de 7.6.1986, p. 1)

Modificado por:

		Diario Oficial		
		nº	página	fecha
►M1	Reglamento (CEE) nº 2318/89 de la Comisión de 28 de julio de 1989	L 220	49	29.7.1989
►M2	Reglamento (CE) nº 1593/98 de la Comisión de 23 de julio de 1998	L 208	17	24.7.1998
►M3	Reglamento (CE) nº 996/2001 de la Comisión de 22 de mayo de 2001	L 139	9	23.5.2001
►M4	Reglamento (CE) nº 1132/2004 de la Comisión de 18 de junio de 2004	L 219	3	19.6.2004

▼B
▼M2

REGLAMENTO (CEE) Nº 1764/86 DE LA COMISIÓN

de 27 de mayo de 1986

por el que se determina los requisitos de calidad mínimos para los productos transformados a base de tomates dentro del régimen de ayuda a la producción

▼B

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Visto el Reglamento (CEE) nº 426/86 del Consejo, de 24 de febrero de 1986, por el que se establece la organización común de mercados en el sector de los productos transformados a base de frutas y hortalizas ([1]), y, en particular, el apartado 4 de su artículo 6,

Considerando que el apartado 1, artículo 2 del Reglamento (CEE) nº 426/86 establece un sistema de ayuda a la producción para determinados productos; que la letra b), apartado 1, artículo 6 dispone que sólo se concederá esa ayuda a los productos que reúnan los requisitos de calidad mínimos que se establezcan;

Considerando que estos requisitos de calidad tienen por objeto evitar que se produzcan productos para los que no exista demanda o productos que pudieran provocar distorsiones en el mercado; que los requisitos deben basarse en procedimientos de elaboración tradicionales y cabales;

Considerando que, con vistas a la ejecución del sistema de ayudas a la producción, el presente Reglamento debe aplicarse conjuntamente con el Reglamento (CEE) nº 1599/84 de la Comisión, de 5 de junio de 1984, por el que se establecen normas específicas para aplicar la ayuda a la producción para los productos transformados a base de frutas y hortalizas ([2]), modificado por el Reglamento (CEE) nº 1155/86 ([3]), en particular en lo que se refiere al examen de los productos transformados;

Considerando que los requisitos de calidad establecidos por el presente Reglamento constituyen medidas para la aplicación del sistema de ayudas a la producción; que la Comunidad aún no ha establecido requisitos de calidad para comercialización de los productos; que los Estados miembros pueden seguir aplicando requisitos nacionales con este fin, siempre que sean compatibles con las disposiciones del Tratado relativas a la libre circulación de mercancías;

Considerando que el Comité de gestión de los productos transformados a base de frutas y hortalizas no ha emitido dictamen alguno en el plazo establecido por su presidente,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

▼M3

Artículo 1

El presente Reglamento establece los requisitos de calidad mínimos que deberán cumplir los productos a base de tomates que se definen en el apartado 2 del artículo 1 del Reglamento (CE) nº 449/2001.

▼B

Artículo 2

Para la elaboración de los productos mencionados en el artículo 1 sólo se utilizarán tomates rojos, frescos, sanos, limpios y maduros (fruto de *Lycopersicum esculentum P. Mill*) adecuados para la transformación, y, donde fuere aplicable, únicamente las variedades mencionadas en el

([1]) DO nº L 49 de 27. 2. 1986, p. 1.
([2]) DO nº L 152 de 8. 6. 1984, p. 16.
([3]) DO nº L 105 de 22. 4. 1986, p. 24.

▼B

apartado 2 del artículo 1 ►M2 del ◄ ►M3 Reglamento (CE) nº 449/2001 ◄.

▼M1

TÍTULO I

Requisitos para los tomates pelados o sin pelar

Artículo 3

A los efectos del presente Reglamento, se entenderá por:

«tomates pelados»:

— los tomates pelados congelados enteros y no enteros o en trozos y

— los tomates pelados, en conserva, enteros y no enteros, tal como se definen ►M2 en el apartado 2 del artículo 1 del ◄ ►M3 Reglamento (CE) nº 449/2001 ◄.

«tomates sin pelar»:

— los tomates sin pelar, en conserva, enteros y no enteros tal como se definen en el artículo 1 del Reglamento anteriormente citado,

Artículo 4

1. Sólo podrán añadirse los siguientes ingredientes a los tomates pelados o sin pelar:

— agua,

— zumo de tomate,

— concentrado de tomate,

— sal común (cloruro de sodio),

— especias naturales, hierbas aromáticas y sus extractos, aromas naturales.

Sólo podrán usarse como aditivos en la elaboración de tomates pelados o sin pelar el ácido cítrico (E 330) y el cloruro de calcio (509).

2. La cantidad de sal común que se añada no deberá sobrepasar el 3 % del peso neto y cuando se añada cloruro de calcio, el contenido total en calcio iónico no deberá sobrepasar el 0,045 % en los tomates enteros y el 0,080 % en los tomates no enteros. Al determinar la cantidad de sal común añadida, el contenido natural de cloruros se considerará igual al 2 % del contenido de peso en seco.

3. El zumo de tomate y el concentrado de tomate que se añadan deberán satisfacer los requisitos que se especifican en el Título II.

Artículo 5

1. Los tomates pelados y sin pelar deberán carecer de olores y sabores ajenos al producto y tendrán el color característico de la variedad utilizada debidamente transformada.

2. Los tomates pelados carecerán prácticamente de pieles. Los tomates sin pelar deberán estar prácticamente previstos de piel. Los tomates pelados y sin pelar enteros deberán, estar también prácticamente exentos de unidades dañadas.

3. El recuento de hongos en los tomates en conserva (en los tomates y en el líquido de gobierno) no deberá sobrepasar el 50 % de campos positivos y el pH no deberá rebasará el 4,5 %.

Artículo 6

1. Los productos se considerarán conformes al apartado 2 del artículo 5 cuando los defectos que presenten no superen las tolerancias siguientes:

— alteraciones: 35 m^2 de agregado

▼M1

— presencia de pieles (en los tomates pelados):

— en los tomates enteros: 300 cm^2 de agregado,

— en los tomates no enteros: 1 250 cm^2 de agregado.

— ausencia de pieles (en los tomates sin pelar):

— en los tomates enteros 300 cm^2 de agregado,

— en los tomates no enteros 1 250 cm^2de agregado.

Las tolerancias se fijan por cada 10 kilogramos de peso neto.

2. A los efectos del apartado 1 se entenderá por:

a) «alteraciones», las zonas afectadas por lesiones que tuvieron lugar en su superficie y a consecuencia de las cuales presentan un color o una textura notablemente diferente del de un tejido de tomate normal y que deberían haberse eliminado durante la transformación;

b) «pieles», tanto la piel adherida o no a la carne del tomate como la que se encuentre suelta en el envase.

Artículo 7

1. Respecto de los tomates en conserva pelados o sin pelar, los tomates y el líquido de gobierno contenidos en un recipiente deberán ocupar al menos el 90 % de la capacidad en agua del recipiente.

2. El peso neto escurrido de los tomates en conserva enteros pelados o sin pelar será, como promedio, al menos igual al 56 % de la capacidad en agua del recipiente, expressada en gramos.

3. Cuando los tomates en conserva pelados o sin pelar se acondicionen en recipientes de vidrio, la capacidead en agua se reducirá en 20 millilitros antes de calcular los porcentajes contemplados en los apartados 1 y 2.

▼B

TÍTULO II

Requisitos para el zumo de tomate y el concentrado de tomate

▼M4

Artículo 8

A los efectos del presente título, se entiende por «zumo de tomate» y «concentrado de tomate» los productos definidos en los puntos 11, 12 y 18 del artículo 2 del Reglamento (CE) nº 1535/2003 de la Comisión ([1]).

Artículo 9

1. Sólo podrán añadirse los siguientes ingredientes al zumo de tomate y al concentrado de tomate:

a) sal común (cloruro sódico);

b) especias naturales, hierbas aromáticas y sus extractos y aromas naturales.

En el caso de la «kunserva», se añadirá también azúcar en una proporción que oscilará entre el 8 % y el 25 % del peso del producto acabado.

2. En la elaboración de zumo de tomate y de concentrado de tomate, podrá usarse ácido cítrico (E 330) como aditivo.

En la elaboración de zumo de tomate con un contenido de peso en seco inferior al 7 %, podrá utilizarse ácido ascórbico (E 300). Sin embargo, el contenido de ácido ascórbico no deberá ser superior al 0,03 % en peso del producto acabado.

([1]) DO L 218 de 30.8.2003, p. 14.

▼**M4**

En la elaboración de concentrado de tomate en polvo, podrá utilizarse dióxido de silicio (551). Sin embargo, el contenido de dióxido de silicio no deberá ser superior al 1 % en peso del producto acabado.

3. La cantidad de sal común que se añada:

a) no deberá superar el 15 % en peso del contenido de peso en seco, para el concentrado de tomate que tenga un contenido de peso en seco superior al 20 %;

b) no deberá superar el 3 % del peso neto, para otros concentrados de tomate y para el zumo de tomate;

c) deberá oscilar entre el 2 % y el 5 % en peso, en el caso de la «kunserva».

Al determinar la cantidad de sal común añadida, el contenido natural de cloruros se considerará igual al 2 % del contenido de peso en seco.

▼**B**

Artículo 10

1. El zumo de tomate y el concentrado de tomate deberán tener:

a) un color rojo característico, y

b) el buen gusto característico de un producto debidamente transformado.

Los productos carecerán de todo sabor extraño, en particular del de un producto quemado o caramelizado.

2. El zumo de tomate y el concentrado de tomate:

a) carecerán de materias extrañas de origen vegetal, incluida la piel, las semillas y otras partes ásperas de los tomates;

b) carecerán prácticamente de impurezas minerales.

3. Los requisitos del apartado 2 se considerarán cumplidos cuando:

▼**M2**

a) cualquier materia extraña de origen vegetal sólo pueda detectarse mediante un minucioso examen a simple vista; no obstante, determinados preparados de zumo y concentrado de tomate podrán presentar pieles y pepitas dentro de los límites máximos establecidos en las letras k) y l) del apartado 2 del artículo 1 del ►**M3** Reglamento (CE) nº 449/2001 ◄;

▼**B**

b) el contenido en impurezas minerales no exceda de 0,1 % del contenido de peso en seco, restándole la sal común que se hubiera añadido y en lo que respecta al concentrado de tomate en polvo, el dióxido de silicio que se hubiera añadido.

4. El zumo de tomate y el concentrado de tomate deberán tener:

a) una textura uniforme y una consistencia que indique unas prácticas adecuadas de transformación;

b) un contenido en azúcar, expresado en azúcar invertido, de como mínimo el 42 % en peso del contenido de peso en seco restándole la sal común que se hubiera añadido;

c) una acidez total valorable, expresada en ácido cítrico monohidratado cristalizado, inferior al 10 % en peso del contenido de peso en seco restándole la sal común que se le hubiera añadido;

d) una acidez volátil, expresada en ácido acético, inferior al 0,4 % hojas peso del contenido de peso en seco, restándole la sal común que se le hubiera añadido;

e) un valor de pH inferior a 4,5 %;

▼M2

f) un contenido de ácido láctico total inferior o igual al 1 % del extracto seco, una vez deducida la sal común que se hubiera añadido, en el caso del zumo de tomate.

▼B

5. El recuento de hongos del zumo de tomate y del concentrado de tomate, diluidos con agua para alcanzar el 8 % del contenido de peso en seco, no superará el 70 % de campos positivos. Para el zumo de tomate con un contenido de peso en seco inferior al 8 %, el porcentaje de campos positivos se reducirá proporcionalmente al contenido de peso en seco.

TÍTULO III

Requisitos para los copos de tomate

Artículo 11

A los efectos del presente Título, se entiende por «copos de tomate» el producto definido en ►M2 la letra j) del apartado 2 del artículo 1 del ◄ ►M3 Reglamento (CE) nº 449/2001 ◄.

Artículo 12

1. Los copos de tomate:

a) deberán tener un color rojo característico;

b) deberán tener el buen gusto característico de un producto debidamente transformado;

c) carecerán de olores y sabores ajenos al producto.

2. El contenido de peso en seco de los copos de tomate será de al menos 93 %.

3. El contenido de impurezas minerales y de origen vegetal, conjuntamente, no superará el 1 % en peso del producto. A estos efectos, se entiende por «impurezas de origen vegetal» materias de origen vegetal perceptibles a simple vista, sin relación con el tomate propiamente dicho o que se hubieran adherido al tomate fresco pero tendrían que haberse eliminado durante la transformación, en particular, las hojas de tomate, tallos, y brácteas de cáliz.

4. Solo podrá utilizarse dióxido de silicio (551) como aditivo en la elaboración de copos de tomate. Sin embargo, el contenido de dióxido de silicio no superará el 1 % en peso.

5. El recuento de hongos de los copos de tomate, homogeneizados en agua para alcanzar el 8 % del contenido de peso en seco, no superará el 70 % de campos positivos.

TÍTULO IV

Requisitos relativos a los envases y las comprobaciones

Artículo 13

1. Los envases que contengan ►M1 tomates pelados o sin pelar ◄ en conserva, enteros o no enteros, y zumo de tomate irán señalados con una referencia que permita identificar el año y la fecha de producción así como la industria transformadora correspondiente. En los casos en que el zumo de tomate transformado en distintas fechas haya sido almacenado conjuntamente antes del envasado, la referencia deberá permitir la identificación de todas las fechas de producción.

2. Las disposiciones del apartado 1 también se aplicarán a otros productos a base de tomates cuando, en el momento de la transformación, tales productos se envasen en los recipientes en los que hayan de salir del lugar de la transformación. En aquellos casos en que dichos productos se almacenen en tanques u otros contenedores similares para su posterior envasado o retransformación, se indicará en los contenedores la fecha o fechas de producción. Cuando tales productos se

▼B

metan en sus envases finales, éstos llevarán una referencia que permita identificar la fecha o fechas de producción así como la industria transformadora.

3. La referencia aludida en el presente artículo podrá expresarse mediante un código y deberá ser aprobada por las autoridades competentes en los Estados miembros donde se lleve a cabo la producción y dichas autoridades podrán adoptar disposiciones adicionales en cuanto al señalado propiamente dicho.

Artículo 14

La industria transformadora comprobará, diariamente y a intervalos regulares durante el período de transformación, que los productos se ajustan a los requisitos exigidos para poder beneficiarse de una ayuda. Se tomará nota del resultado de dichas comprobaciones.

Artículo 15

1. Los métodos de análisis para determinar:

a) el contenido de peso en seco;

b) los sólidos solubles naturales;

c) el contenido en sal;

d) el contenido en azúcares;

e) la acidez total;

f) la acidez volátil;

g) el contenido en impurezas minerales;

h) el valor del pH;

i) el contenido en cálcio iónico;

j) el contenido en dióxido de silicio;

se establecen en el Anexo.

2. El recuento de hongos debe hacerse de acuerdo con el método (recuento de hongos Howard) de la AOAC (Asociación de los químicos analíticos oficiales).

3. Los métodos a los que se refieren los apartados 1 y 2 se deben usar para la determinación definitiva de la elegibilidad de la ayuda a la producción. Pueden utilizarse otros métodos para los análisis de rutina.

Artículo 16

El presente Reglamento entrará en vigor el 1 de julio de 1986.

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

▼B

ANEXO

CONTENIDO DE PESO EN SECO

1. **Principio**

Por contenido de peso en seco se entiende el contenido total de sólidos naturales (SNT).

El contenido total de sólidos naturales, tanto solubles como insolubles, se determinará por gravimetría tras desecar el producto a 70 °C y en vacío.

2. **Equipo**

2.1. Una estufa de vacío de buena calidad con una distribución de calor uniforme (70 °C ± 1 °C) y en la que el vacío pueda mantenerse durante varias horas después de que la bomba haya dejado de funcionar.

2.2. Una bomba de vacío de laboratorio capaz de mantener una presión inferior a 25 mm Hg en la estufa de operaciones, si fuera necesario.

2.3. Una instalación de desecación por aire.

Deberá conectarse un purificador de gas que contenga ácido sulfúrico a la apertura de toma de aire de la estufa.

2.4. Baño de agua.

2.5. Recipientes de fondo plano con tapas de cierre hermético, preferentemente de 6 cm de diámetro

2.6. Balanza analítica con una precisión de 0,1 mg.

2.7. Desecador con indicador de gel de sílicio.

2.8. Tierra de diatomeas lavada con ácido.

2.9. Estufa con circulación de aire que funcione a 110 °C.

3. **Procedimiento**

3.1. Colocar aproximadamente 15 mg de tierra de diatomeas por cm^2 en cada recipiente (unos 0,4 g en cada recipiente de 6 cm de diámetro).

3.2. Secar los recipientes, quitando las tapas, en una estufa con circulación de aire que funcione a 110 °C durante 30 minutos como mínimo.

3.3. Volver a colocar las tapas, enfriar en un desecador y pesar.

3.4. Quitar las tapas de los recipientes y poner rápidamente una cantidad adecuada de la muestra, bien mezclada, en los recipientes. Volver a colocar las tapas y pesar lo antes posible. El peso de la muestra deberá encontrarse entre 9 mg y 20 mg de sólidos totales por cm^2 de la superficie del fondo de la cápsula.

3.5. Quitar la tapa, remover la muestra y la tierra de diatomeas juntas utilizando una varilla de cristal y añadir agua destilada hasta que un lodo homogéneo se extienda uniformemente por el fondo de cada recipiente. Lavar la varilla de cristal con agua destilada.

3.6. Darle a la muestra un aspecto seco (contenido de humedad residual inferior al 50 % del contenido de peso en seco) utilizando uno de estos métodos:

3.6.1. Colocar los recipientes en un baño de agua que contenga agua hirviendo hasta que el residuo se solidifique, adquiera un color rosáceo y comience a adquirir un aspecto seco.

3.6.2. Colocar los recipientes en una estufa con circulación de aire que funcione a 70 °C. Para una eliminación rápida de la humedad, la estufa deberá tener una circulación interna de aire lo suficientemente rápida y con suficiente intercambio de aire con el exterior. Examinar los recipientes a intervalos de 30 minutos o menos y retirarlos tan pronto como parezcan secos.

3.6.3. Colocar los recipientes en una estufa de secado al vacío a 70 °C, con la llave reguladora parcialmente abierta para permitir que el aire circule rápidamente por la estufa a una presión mínima de 310 mg Hg. Examinar los recipientes a intervalos de 30 minutos y retirarlos en cuanto adquieran un aspecto seco.

3.7. Colocar las muestras parcialmente desecadas en una estufa de secado en vacío, con los recipientes reposando directamente en la bandeja.

▼B

Permitir que el aire seco entre en la estufa pasando por el purificador de $H_2 SO_4$ a un ritmo de 2-4 burbujas por segundo.

Poner las muestras a secar durante 2 horas a 70 °C y a una precisión que no exceda de 50 mg Hg.

La temperatura de la estufa podrá descender hasta 65 °C al comienzo del secado, pero en el transcurso de la primera hora deberá ponerse entre 69 ° C hasta 71 °C.

3.8. Sacar los recipientes de la estufa, volver a colocar las tapas rápidamente y enfriar en un desecador.

3.9. Pesar las cápsulas tan pronto como hayan alcanzado la temperatura ambiente (transcurridos unos 20 minutos).

4. **Expresión de los resultados**

Porcentaje de sólidos naturales totales

$$\% \text{ SNT} = \frac{\text{peso del residuo}}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

5. **Sólidos naturales totales**

El contenido en sólidos naturales solubles totales se determinará tras determinar el contenido en cloruros y restar la sal añadida. El contenido previo en sal natural se fijará arbitrariamente en un 2 % del contenido total de sólidos.

TOTAL DE SÓLIDOS NATURALES SOLUBLES

1. **Definición**

Total de sólidos naturales solubles (TSNS) determinado según el método refractométrico: la concentración de sacarosa en una solución acuosa con el mismo índice de refracción que el producto analizado, en condiciones específicas de preparación y temperatura. La concentración se expresará en % por masa.

2. **Principio**

Se utilizará un refractómetro para medir el índice de refracción de una solución de prueba a 20 °C y este índice de refracción se convertirá luego, utilizando unas tablas, en el contenido de sólidos naturales solubles (expresado en sacarosa). Alternativamente, el contenido de sólidos naturales solubles podrá leerse directamente en el refractómetro.

3. **Equipo**

Un equipo de laboratorio corriente que incluya:

3.1. Un refractómetro con una escala graduada que indique el índice de refracción y con una precisión de 0,0005. El refractómetro se preparará de modo que indique un índice de refracción de 1,3330 para el agua destilada a 20 °C. También se calibrará en un índice de refracción de 1,3920 mediante prismas o una solución patrón.

Alternativamente:

3.2. Un refractómetro con una escala graduada que indique el procentaje en masa de sacarosa y con una precisión de hasta 0,1 %. El refractómetro se preparará de modo que indique un contenido en sólidos solubles (sacarosa) de cero para el agua destilada a 20 °C. También se calibrará mediante prismas o una solución patrón para un valor del orden del 36 % de materias secas solubles, expresadas en sacarosa.

3.3. Un sistema de circulación de agua que permita que los prismas del refractómetro (3.1 o 3.2) se mantengan a una temperatura constante (con una fluctuación que no supere los 0,5 °C) de 20 °C, que es la temperatura de referencia (véase 5.1)

3.4. Un vaso de precipitados de suficiente capacidad.

▼B

4. **Procedimiento**

4.1. *Preparación de la solución de prueba* (1)

La muestra de laboratorio ha de estar bien mezclada. Pasar parte de la muestra a través de una gasa no absorbente (o un tejido similar) plegada en cuatro. Desechar las primeras gotas de líquido y utilizar el resto para el análisis.

4.2. *Análisis*

Regular el sistema de circulación de agua (3.3) para que funcione a la temperatura exigida (entre 15 °C y 25 °C) y ponerlo en marcha para que los prismas del refractómetro (3.1 y 3.2) alcancen la misma temperatura, que deberá mantenerse constante, dentro de un margen de fluctuación de 0,5 °C, durante el análisis.

Poner la solución de prueba (4.1) a una temperatura a la que ha de utilizarse en el análisis. Colocar una pequeña cantidad de la solución de prueba (bastan 2 o 3 gotas) sobre el prisma fijo del refractómetro (3.1 o 3.2) y ajustar acto seguido el prisma móvil. El campo de visión deberá estar convenientemente iluminado. Para obtener resultados más precisos, sobre todo si los productos son de color u oscuros, podrá utilizarse una lámpara de vapor de sodio.

Mover la línea que divide las zonas de luz y de sombra del campo de visión para que coincida con la intersección de la cruz filar de la escala y leer el valor del índice de refracción o el porcentaje en masa de sacarosa, de acuerdo con el aparato utilizado (3.1 o 3.2).

4.3. *Número de determinaciones*

Se llevarán a cabo dos determinaciones con cada muestra.

5. **Expresión de los resultados**

5.1. *Correcciones*

Si el análisis se hubiera llevado a cabo a una temperatura que no sea 20 ° C ± 0,5 % C, deberán hacerse las siguientes correcciones:

(a) cuando la escala indique el índice de refracción (3.1) utilizar la siguiente fórmula:

$$n_D^{20} = n_D^t = 0{,}00013\ (t - 20)$$

donde t es la temperatura utilizada para el análisis, en grados Celsius.

(b) cuando la escala indique el procentaje en masa de sacarosa (3.2), el resto deberá corregirse utilizando la Tabla 1.

5.2. *Procedimiento para calcular el contenido en sólidos solubles*

El contenido en sólidos solubles, expresado como un porcentaje en masa, se calculará como sigue:

5.2.1. Refractómetro con escala graduada que indique índices de refracción

Leer en la Tabla 2 el porcentaje en masa de sacarosa que corresponda al valor obtenido de 4.2 corregido, si fuera preciso, por 5.1 a). El contenido en sólidos solubles será igual al número así obtenido. El resultado podrá considerarse como la media aritmética de ambas determinaciones siempre que se cumplan las condiciones de repetibilidad (véase 5.3). Expresar el resultado con un decimal.

5.2.2. Refractómetro con escala graduada que indique porcentajes en masa de sacarosa

El contenido de sólidos solubles expresado como un porcentaje en masa de sacarosa será igual al número encontrado en 4.2 corregido, si fuera preciso, por 5.1 b). El resultado podrá considerarse como la media aritmética de ambas determinaciones siempre que se cumplan las condiciones de repetibilidad (véase 5.3). Expresar el resultado con un decimal.

(1) Si se trata de productos densos o muy concentrados, quizá no sea posible extraer las gotas de líquido necesario para el análisis refractométrico. En ese caso, no debe efectuarse el análisis. La muestra no puede, en modo alguno, diluirse con agua.

▼B

5.3. *Repetibilidad*

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones llevadas a cabo en rápida sucesión por el mismo analista, no podrá exceder de 0,2 g de sólido soluble por 100 g de producto.

6. **Sólidos solubles naturales**

El contenido de sólidos solubles naturales se determinará después de haber determinado el contenido de cloruros y de haber restado la sal añadida. Por cada 1 % de cloruros, deberán restarse 1,13 grados Brix que equivalar a 0,0157 índices de refracción (a 20 °C). Dichas correcciones tienen en cuenta al contenido en sal natural, que se fijará arbitrariamente en un 2 % del contenido en sólidos totales.

TABLA 1

Corrección que deberá hacerse de las lecturas cuando se utilice un refractómetro con escala que indique el contenido en sacarosa, para temperaturas distintas de 20 °C ± 0,5 °C

Temperatura °C	Contenido en sólidos solubles indicados en la escala en % (mm)						
	5	10	15	20	30	40	50
	Correcciones que han de restarse						
15	0,25	0,27	0,31	0,31	0,34	0,35	0,36
16	0,21	0,23	0,27	0,27	0,29	0,31	0,31
17	0,16	0,18	0,20	0,20	0,22	0,23	0,23
18	0,11	0,12	0,14	0,15	0,16	0,16	0,15
19	0,06	0,07	0,08	0,08	0,08	0,09	0,09
	Correcciones que han de sumarse						
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
22	0,12	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14
23	0,18	0,20	0,20	0,21	0,21	0,21	0,21
24	0,24	0,26	0,26	0,27	0,28	0,28	0,28
25	0,30	0,32	0,32	0,34	0,36	0,36	0,36

TABLA 2

Porcentaje en masa de sólidos solubles (expresado como sacarosa, con relación al índice de refracción)

Indice de refracción	Sólidos solubles (expresados como sacarosa)
n_D^{20}	% (m/m)
1,3330	0
1,3344	1
1,3359	2
1,3373	3
1,3388	4
1,3404	5
1,3418	6
1,3433	7
1,3448	8
1,3463	9
1,3478	10
1,3494	11
1,3509	12
1,3525	13

▼B

Indice de refracción	Sólidos solubles (expresados como sacarosa)
n_D^{20}	% (m/m)
1,3541	14
1,3557	15
1,3573	16
1,3589	17
1,3605	18
1,3622	19
1,3638	20
1,3655	21
1,3672	22
1,3689	23
1,3706	24
1,3723	25
1,3740	26
1,3758	27
1,3775	28
1,3793	29
1,3811	30
1,3829	31
1,3847	32
1,3865	33
1,3883	34
1,3902	35
1,3920	36
1,3939	37
1,3958	38
1,3978	39
1,3997	40
1,4016	41
1,4036	42
1,4056	43
1,4076	44
1,4096	45
1,4117	46
1,4137	47
1,4158	48
1,4179	49
1,4201	50

CONTENIDO EN SAL

1. **Principio**

Se diluirá una muestra del producto. Luego se añadirá un exceso de solución valorada de nitrato de plata. Acto seguido se valorará el exceso con una solucion valorada de tiocianato potásico en presencia de sulfato de amonio y hierro.

▼B

2. **Preparación de la muestra**

2.1. Pesar $\frac{300}{R}$ g del producto, donde R es el contenido total de sólidos solubles.

2.2. Trasladar el producto a un matraz volumétrico de 200 ml utilizando agua destilada recién hervida y enfriada.

Enjuagar el recipiente de pesar con agua destilada y pasar el agua del enjuagado al matraz volumétrico. Completar hasta la señal con agua destilada.

2.3. Agitar bien y filtrar la solución utilizando un filtro plegado.

2.4. Trasladar 20 ml del filtrado a un matraz de Erlenmeyer de 250 ml y diluir con 40-50 ml de agua destilada.

3. **El método Charpentier-Volhard**

3.1. *Reactivos*

3.1.1. Solución exactamente valorada de nitrato de plata 0,1 N

3.1.2. Acido nítrico puro d = 1,4

3.1.3. Solución saturada de sulfato de amonio y hierro (NH_4 Fe $(SO_4)_2$ − 12 H_2O)

3.1.4. Solución valorada de tiocianato potásico O,1 N

3.2. *Instrumentos*

3.2.1. Balanza analítica

3.2.2. Matraz de Erlenmeyer de 200 ml

3.2.3. Pipeta graduada de 10 ml y de la clase «A»

3.2.4. Pipeta graduada de 20 ml y de la clase «A»

3.2.5. Bureta de 25 ml y de la clase «A», de acuerdo con las recomendaciones del ISO.

3.3. *Procedimiento*

Añadir unos 2 ml de reactivo nº 2 y 10 ml (medidos con una pipeta graduada) de la solución nº 1.

Hervir durante 5 minutos y enfriar.

Valorar utilizando la solución nº 4 hasta que el líquido adquiera un color rosa persistente, tras añadir unas gotas de la solución nº 3. Se realizará una primera determinación con agua destilada (prueba en blanco).

3.4. *Expresión de los resultados*

La diferencia entre los volúmenes utilizados de las soluciones 1 y 4 representa el volumen de la solución de nitrato de plata utilizado para precipitar los cloruros existentes en la muestra, deduciendo el valor de la prueba en blanco, 1 ml de solución de nitrato de plata 0,1 N corresponde a 0,00585 g de cloruro sódico. El resultado se expresará en g de cloruro sódico por 100 g de producto.

Se recordará que el contenido previo de sal natural se fijará arbitrariamente en 2 % del contenido de sólidos totales.

El contenido natural en cloruros (Cl nat) $= \frac{2\ (NTS - Cl_T)}{100}$

donde

NTS =contenido de peso en seco

Cl_T =cloruros totales

Cloruros añadidos $= Cl_T - Cl_{nat}$.

CONTENIDO EN AZÚCARES

1. **Principio**

Normalmente, entre un 40 % y un 60 % del contenido de peso en seco en los derivados del tomate consisten en azúcares reductores, sobre todo glucosa y fructosa en proporciones más o menos iguales. El contenido natural de sucrosa en los tomates es insignificante. El contenido natural

▼B

de azúcares se determinará por el método Lane y Eynon sin inversión. Dicho método utiliza una solución Fehling.

2. **Reactivos**

2.1. *Solución de sulfato de cobre*

Disolver 34,639 g de Cu SO_4 5 H_2O en agua destilada, diluir hasta 500 ml y filtrar con lana de vidrio o filtro de papel.

2.2. *Solución alcalina de tartrato de sodio y potasio*

Disolver 173 g de tartrato de sodio y potasio 4 H_2O (sal de Rochelle) con 50 g de Na OH en agua y diluir hasta 500 ml. Dejar posar durante 2 días y filtrar con asbesto.

2.3. Solución saturada de acetato de plomo

2.4. *Solución de Carrez:*

I. solución acuosa de ferroricanuro potásico al 15 %

II. solución acuosa de acetato de cinc al 30 %

2.5. Solución acuosa de azul metileno al 1 %

2.6. Solución saturada de Na_2 SO_4 (sulfato sódico) u oxalato sódico.

2.7. Solución en alcohol de fenolftaleína al 1 %

2.8. Solución de Na OH 0,1 N (4 g Na OH en 1 000 de agua)

3. **Instrumentos**

3.1. Balanza analítica

3.2. Papel de filtro para filtración rápida

3.2. Bureta de 25 ml

3.4. Matraz de Erlenmeyer

3.5. Pipeta de 10 ml

3.6. Matraz volumétrico de 200 ml del tipo Kolrausch

4. **Procedimiento**

4.1. Para determinar los azúcares en los derivados de tomate utilizando el método Lane y Eynon, la cantidad de la muestra analizada será tal que, tras clarificación y dilución, la solución de azúcar analizada contenga una cantidad de azúcar tal que 10 ml de solución de Fehling sea reducida complemtanente por 25-50 ml de solución de azúcar. Así pues, la solución de azúcar deberá contener entre 105 y 204 mg de azúcar invertido por 100 ml de solución, como muestra la tabla.

Durante la determinación, la solución de azúcar medida se diluirá de manera que se necesiten 32 ml para reducir 10 ml de la solución de Fehling: esta concentración se sitúa en los valores medios que se muestran en la tabla. La solución de azúcar contiene así unos 160 mg de azúcar invertido por 100 ml de solución.

4.2. Pesar una cantidad del derivado de tomate que corresponda aproximadamente a $\frac{150}{R}$ g, donde R es el contenido de TSNS (total de sólidos naturales solubles).

4.3. Trasladar la muestra a un matraz de fondo redondo de 200 ml. Enjuagar el recipiente que contuviera la muestra y trasladar el agua del enjuagado al matraz; luego, completar hasta la señal con agua destilada.

4.4. Sacar 100 ml de esta solución con una pipeta y pasarlos al matraz volumétrico de 250 ml.

4.5. Añadir 4-5 ml de solución saturada de acetato de plomo con una pipeta, continuar añadiendo esta solución con cuidado, de dos en dos gotas, hasta que el líquido esté claro.

4.6. La clarificación deberá, sin embargo, obtenerse preferiblemente añadiendo 5 ml de solución de Carrez I y 5 ml de solución de Carrez II.

4.7. Tras la clarificación, dejar que el líquido repose durante 15 minutos. Luego, añadir una cantidad de la solución saturada de sulfato sódico o de oxalato sódico para eliminar cqalquier exceso de acetato de plomo. Si

▼B

hubiera un exceso de acetato de plomo, la adición de sulfato sódico o de solución de oxalato producirá un precipitado blanco.

4.8. Dejar reposar durante 15 minutos y completar hasta la señal de 250 ml con agua destilada. Agitar bien y filtrar con papel de filtro doblado. Trasladar parte del filtrado claro a una bureta de 100 ml: esta solución estará entonces lista para el análisis.

4.9. Deberán hacerse dos determinaciones del contenido de azúcar:

(a) *Determinación de prueba*

Trasladar 10 ml de una mezcla de partes iguales de las soluciones Fehling a un matraz Erlenmeyer de 200-250 ml colocado sobre una rejilla metálica. (Unos minutos antes de la determinación, deberán haberse mezclado partes iguales de las soluciones Fehling A y B). Añadir 25 ml de la solución de azúcar con una bureta. Hervir durante 15 segundos.

Añadir más cantidades de la solución cada 10 segundos, hasta que el color azul se torne pálido.

Añadir una o dos gotas de indicador azul de metileno y continuar añadiendo solución de azúcar hasta que el indicador cambie completamente de color.

El líquido en ebullición se vuelve rojo pardusco.

(b) *Determinación final*

Colocar 10 ml de una mezcla de partes iguales de las soluciones de Fehling en un matraz de Erlenmeyer de 200-250 ml y añadir directamente la cantidad de solución de azúcar que se consumió. Poner la mezcla a hervir a fuego lento durante 2 minutos exactamente. Añadir 1 o 2 gotas de azul de metileno y luego añadir la solución de azúcar restante, 2 o 3 gotas cada vez y a intervalos de diez segundos durante aproximadamente un minuto, hasta que el color azul del indicador se vuelva rojo pardusco.

A será la cantidad de solución de azúcar consumida, expresada en 0,1 ml.

Al ser éste un método empírico, la totalidad de las instrucciones dadas anteriormente deberá seguirse con todo rigor.

5. **Expresión de los resultados**

La siguiente tabla deberá utilizarse para calcular, a partir del número de ml de la solución de azúcar consumidos, el contenido de azúcar invertido en la solución de azúcar y en la cantidad de derivado de tomate que contiene la muestra. La fórmula para este cálculo será:

$$\text{Azúcares totales en g por 100 g de producto : } \frac{C \times 0{,}5}{\text{peso de la muestra}}$$

donde C (columna 3 de la tabla) corresponde al volumen A de solución de azúcar consumida (columna 1 de la tabla).

Si el contenido de azúcar invertido (expresado en % de peso) del derivado del tomate se divide por el total de sólidos naturales solubles (TSNS) obtendremos el contenido de azúcar invertido por 100 g de sólidos solubles.

TABLA

mg de azúcar invertido por 10 ml de solución Fehling

A ml de solución de azúcar consumido	B Factores del azúcar invertido	C mg de azúcar invertido en 100 ml de solución
25,0	51,2	204,8
2		203,4
4		201,9
6		200,4
8		198,9

▼B

A ml de solución de azúcar consumido	B Factores del azúcar invertido	C mg de azúcar invertido en 100 ml de solución
26,0	51,3	197,4
2		196,0
4		194,6
6		193,2
8		191,8
27,0	51,4	190,4
2		189,1
4		187,7
6		186,4
8		185,0
28,0	51,4	183,7
2		182,5
4		181,2
6		180,0
8		178,7
29,0	51,5	177,5
2		176,3
4		175,2
6		174,0
8		172,9
30,0	51,5	171,7
2		170,6
4		169,5
6		168,5
8		167,4
31,0	51,6	166,3
2		165,3
4		164,3
6		163,2
8		162,2
32,0	51,6	161,2
2		160,3
4		159,4
6		158,4
8		157,5
33,0	51,7	156,6
2		155,7
4		154,8
6		154,0
8		153,1

▼B

A ml de solución de azúcar consumido	B Factores del azúcar invertido	C mg de azúcar invertido en 100 ml de solución
34,0	51,7	152,2
2		151,3
4		150,5
6		149,6
8		148,8
35,0	51,8	147,9
2		147,1
4		146,3
6		145,5
8		144,7
36,0	51,8	143,9
2		143,2
4		142,4
6		141,7
8		140,9
37,0	51,9	140,2
2		139,5
4		138,8
6		138,0
8		137,3
38,0	51,9	136,6
2		135,9
4		135,3
6		134,6
8		134,0
39,0	52,0	133,3
2		132,7
4		132,0
6		131,4
8		130,7
40,0	52,0	130,1
2		129,5
4		128,9
6		128,3
8		127,7
41,0	52,1	127,1
2		126,5
4		125,9
6		125,4
8		124,8

▼B

A ml de solución de azúcar consumido	B Factores del azúcar invertido	C mg de azúcar invertido en 100 ml de solución
42,0	52,1	124,2
2		123,6
4		123,1
6		122,5
8		122,0
43,0	52,2	121,4
2		120,9
4		120,3
6		119,8
8		119,2
44,0	52,2	118,7
2		118,2
4		117,7
6		117,1
8		116,6
45,0	52,3	116,1
2		115,6
4		115,1
6		114,7
8		114,2
46,0	52,3	113,7
2		113,2
4		112,8
6		112,3
8		111,9
47,0	52,4	111,4
2		111,0
4		110,5
6		110,5
8		109,6
48,0	52,4	109,2
2		108,8
4		108,4
6		107,9
8		147,5
49,0	52,5	107,1
2		106,7
4		106,3
6		105,9
8		105,5

▼B

A ml de solución de azúcar consumido	B Factores del azúcar invertido	C mg de azúcar invertido en 100 ml de solución
50,0	52,5	105,1
2		
4		
6		
8		

ACIDEZ VALORABLE TOTAL

1. **Principio**

El contenido total en ácidos naturales del producto se medirá por valoración con una solución de hidróxido de sodio y utilizando la potenciometría.

2. **Reactivos**

2.1. Solución valorada de hidróxido de sodio 0,1 N exenta de dióxido de carbono

2.2. Soluciones tampón con valores de pH conocidos de aproximadamente 8,0

2.3. Solución al 1 % de fenolftaleína en alcohol

3. **Instrumentos**

Equipo corriente de laboratorio que incluya:

— potenciómetro con electrodo de vidrio

— agitador mecánico o electromagnético

— balanza analítica

— vaso de precipitados de 50 ml

— pipeta graduada de 200 ml

— pipeta graduada de 50 ml

— bureta de 25 ml — clase A, de acuerdo con la recomendación ISO

4. **Procedimiento**

Poner en un vaso de precipitados de 50 ml una cantidad de producto correspondiente a $\frac{300}{R}$ g, ± 0,01 g, donde R representa el contenido en TSNS (total de sólidos naturales solubles).

Trasladar la muestra a un matraz volumétrico de 200 ml. Completar hasta 200 ml con agua destilada hervida. Agitar bien. Filtrar. Sacar 50 ml de filtrado y pasarlos a un vaso de precipitación de poco fondo (capacidad mínima de 400 ml). Añadir entre 150 y 200 ml de agua destilada hervida.

Utilizando soluciones tampón con valores del pH de aproximadamente 8,0 comprobar que el potenciómetro funciona correctamente. Añadir la solución de hidróxido de sodio con una bureta y bastante rápidamente, mientras se agita, hasta que el valor del pH sea de 6,0 aproximadamente. Añadir más solución lentamente hasta que el pH sea 7,0. Añadir entonces más solución gota a gota, tomando nota tras cada añadido del volumen de la solución de hidróxido de sodio (2.1) y del valor del pH, hasta alcanzar un pH de 8,1 ± 0,2. Deducir, mediante interpolación, el volumen exacto de solución de hidróxido de sodio correspondiente a un valor de pH de 8,1.

Se realizarán al menos dos determinaciones con la misma muestra preparada.

5. **Expresión de los resultados**

La acidez valorable se expresará como ácido cítrico monohidratado en % del contenido de peso en seco. 1 ml de solución de hidróxido de sodio (2.1) corresponderá a 0,007 g de ácido cítrico hidratado.

▼B

ACIDEZ VOLÁTIL

1. **Principio**

Los ácidos volátiles se recogerán por arrastre de vapor de agua y se valorarán en el destilado en presencia de fenolftaleína o utilizando un pHmetro

2. **Reactivos**

2.1. Solución valorada de hidróxido de sodio N/50 (0,02 N) recién preparada a partir de una solución N/10

2.2. Solución de fenolftaleina al 0,05 % en alcohol

2.3. Acido tartárico cristalizado

2.4. Solución valorada de ácido clorhídrico 0,1 N

3. **Instrumentos**

3.1. Aparato especial para recoger los ácidos por arrastre de vapor de agua

3.2. Balanza analítica

3.3. Bureta de 10 ml con graduación de 0,05 ml

3.4. Matraz de Erlenmeyer de 200 ml

4. **Procedimiento**

Llenar el matraz del aparato con 1,5 litros, aproximadamente, de agua destilada recién hervida. Añadir unos cuantos trozos de piedra pómez. Pesar con una precisión de 0,01 g una cantidad de producto correspondiente a $\frac{600}{R}$ g, donde R representa el contenido de TSNS (total de sólidos naturales solubles). Tras la necesaria dilución, verter en el tubo interior del aparato. Añadir unos 100 mg de reactivo 2.3 Conectar el matraz al condensador. Destilar 150 ml en unos 30 minutos, recogiendo el destilado en un matraz de Erlenmeyer de 200 ml, con la punta del condensador inmersa en una pequeña cantidad de agua destilada recién hervida. Parar el proceso. Echar unas gotas de fenolftaleína (2.2) en el matraz y valorar la acidez utilizando la solución de hidróxido de sodio N/50 (2.1) hasta que el indicador adquiera un tono rosa persistente. Ya que la solución de hidróxido de sodio N/50 es inestable, comprobar el título antes de usar con una solución N/10 de ácido hidroclórico (2.4). La valoración también podrá realizarse usando un pHmetro.

5. **Expresión de los resultados**

La acidez volátil se expresará como ácido acético en % de contenido de peso en seco. 1 ml de solución de hidróxido de sodio N/50 corresponderá a 0,0012 g de ácido acético.

IMPUREZAS MINERALES

1. **Principio**

Las impurezas pesadas, procedentes en general de la tierra (por ejemplo, arena) pero posiblemente también partículas de metal o de minerales de elevada densidad se separarán según su densidad. La materia orgánica se destruirá por combustión a 500 — 600 °C. El residuo resultante se pesará.

2. **Instrumentos**

Equipo corriente de laboratorio que incluya:

2.1. Vaso de precipitados de una capacidad entre 250 y 1 000 ml

2.2. Cásulas de sílice, porcelana o platino

▼B

2.3. Filtros sin cenizas

2.4. Ampolla de separación en forma de pera, de 2 litros de capacidad con grifo de amplio diámetro (véase figura)

2.5. Horno de mufla a 500 — 600 °C

2.6. Secador

2.7. Balanza analítica

3. **Procedimiento**

Pesar en un vaso de precipitados una cantidad de producto correspondiente a $\frac{300}{R}$ g, ± 0,01 g, donde R representa el contenido de TSNS (total de sólidos naturales solubels).

Añadir entre 100 y 150 ml de agua. Mezclar bien. Verter en el embudo separador de 2 litros, que deberá estar parcialmente lleno de agua, y colocar el tubo ajustable de manera que su extremo inferior quede por lo menos hacia la mitad del bulbo. Permitir que el agua fluya dentro del embudo a un ritmo que provoque la suficiente turbulencia como para separar las sustancias minerales de la pulpa. Retirar la pulpa en suspensión sin retirar el sedimento: para esto, el tubo ajustable deberá moverse hacia el extremo inferior del embudo separador.

Continuar con esta operación hasta que sólo queden las impurezas minerales en el fondo del embudo. Es posible que el residuo también contenga a veces restos orgánicos pesados, como semillas de tomate por ejemplo.

Colocar el embudo separador sobre un embudo con filtro sin cenizas y pasar el residuo por el filtro abriendo el grifo del embudo separador y, si fuera preciso, limpiar con un chorro de agua. Enjuagar el filtro con agua destilada y colocar el papel del filtro y el residuo en el recipiente plano de incinerar. Secar el recipiente, residuo y filtro, chamuscar con una llama baja y por fin incinerar en el horno de mufla a 500 — 600 °C durante treinta minutos.

Dejar enfriar en el secador y pesar con una precisión de 0,0002 g.

Se realizarán al menos dos determinaciones con la muestra.

El porcentaje en masa de las impurezas minerales vendrá dado por:

$$(M_1 - M_0) \times \frac{100}{E},$$

donde

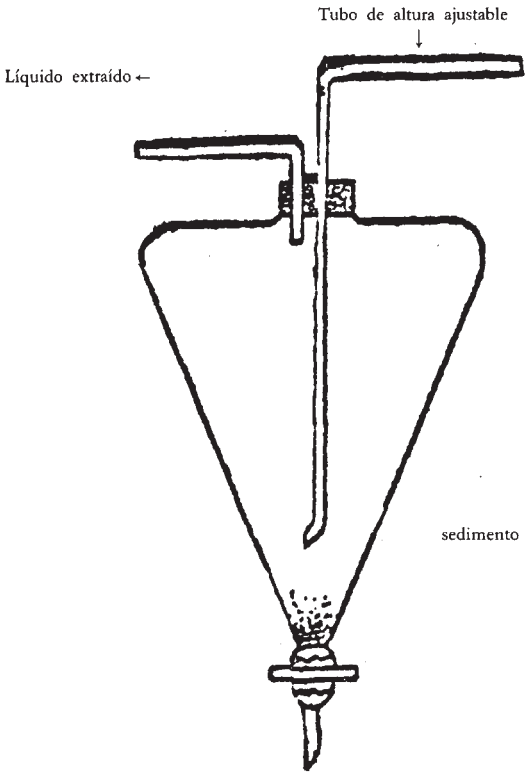
M_0 es la masa del recipiente plano en gramos,

M_1 es la masa del recipiente y de la ceniza en gramos y

E representa el contenido de peso en seco de la muestra.

▼B

Diagrama del instrumental utilizado para separar impurezas minerales no solubles en agua



pH

1. **Principio**

El pH de los derivados del tomate se determinará electrométricamente mediante la utilización de un medidor de pH

2. **Instrumentos**

2.1. Medidor de pH

2.2. Electrodo de referencia y de pH, o electrodo combinado

2.3. Soluciones tampón, pH = 4,0 y pH = 7,0

3. **Procedimiento**

3.1. Calibrar el medidor de pH mediante las soluciones tampón.

3.2. Medir la temperatura del producto utilizando un termómetro y poner el instrumento a esa temperatura.

3.3. Introducir los electrodos o el electrodo combinado dentro del producto de tomate sin diluir.

4. **Expresión de los resultados**

El valor del pH lo indicará directamente el aparato.

CONTENIDO EN IONES CALCIO

1. **Principio**

Se efectúa la determinación del calcio per espectrofotometría de absorción atómica sobre la muestra preparada con antelación.

▼B

A fin de impedir una ionización parcial de los elementos en la llama, debe añadirse lantano para dosificar el calcio.

2. **Reactivos**

2.1. Acido nítrico al 65 % extra puro

2.2. Solución de referencia, con un contenido en calcio de 1 mg/l

2.3. Solución de lantano al 5 %

Disolver en agua bidestilada 134 g de cloruro de lantano (la $Cl_3 7H_2O$) y diluirlo con el agua hasta alcanzar un volumen de 1 000 ml

2.4. Acido sulfúrico concentrado (D = 1,84) extra puro

3. **Equipo**

3.1. Espectrofotómetro de absorción atómica.

3.2. Cápsulas de platino de 10 cm de diámetro y 3 cm de altura, de fondo plano.

3.3. Mufla y placa calentadora.

3.4. Lámpara de infrarrojos.

3.5. Lámpara de infrarrojos.

4. **Procedimiento**

4.1. *Notas previas*

Debe ponerse un cuidado particular en la limpieza de los recipientes utilizados. El equipo de vidrio debe enjuagarse previamente con agua bidestilada.

Todas las soluciones y todas las diluciones deberán prepararse con agua bidestilada.

Para la dilución, las tomas de muestra deberán ser como mínimo de 1 ml.

En cada serie de medidas, se establecerán los valores de calibrado con las soluciones convenientes. Para las determinaciones efectuadas por espectrometría de absorción se ajustará cuidadosamente el aparato a la longitud de onda óptima.

Si las diversas etapas del procedimiento se efectúan en laboratorios distintos (por ejemplo, laboratorio de preparación y laboratorio de medición), es indispensable que se utilice el mismo lote de agua bidestilada para la dilución de las soluciones que deben analizarse y para la dilución de las soluciones estándar.

4.2. *Mineralización de la muestra*

4.2.1. Digestión por vía húmeda

Pésense en un matraz Kjeldahl de 1 a 2 g de la muestra homogeneizada, según la cantidad de calcio supuesta.

En el caso de productos líquidos, pésense 10 g y concéntrese hasta un volumen reducido (de 2 a 3 ml).

Añádanse 10 ml de ácido nítrico concentrado (2.1) y 2,5 ml de ácido sulfúrico (2,4).

Comiéncese a calentar muy suavemente, continuando hasta la aparición de humos blancos.

En este momento la solución deberá ser límpida e incolora.

Si no éste el caso, añádanse con precaución algunas gotas de ácido nítrico (2.1) y caliéntese hasta que aparezcan humos blancos.

Una vez terminada la destrucción, pásese la solución cuyo volumen se habrá reducido a 2-3 ml) a un matraz aforado de 25 ml y complétese hasta dicho volumen con agua bidestilada.

Las muestras así preparadas serán analizadas por comparación con las soluciones estándar al 10 % de ácido sulfúrico (2.4).

4.2.2. Incineración por vía seca

Pésense en una cápsula de platino (3.2) de 5 a 10 g de muestra, según la cantidad de calcio supuesta.

▼B

Deséquese en la mufla o sobre la placa calentadora, o bajo lámpara infrarroja, calentando siempre muy suavemente y gradualmente, a fin de evitar pérdidas causadas por escapes de material carbonizado.

Colóquese el residuo en la mufla regulada ya a la temperatura de 400 °C, e incinérese durante 6 horas como mínimo.

En caso de presencia de Cd, es útil añadir algunas gotas de ácido fosfórico o sulfúrico.

Si las cenizas no son completamente blancas, será necesario humidificarlas con algunas gotas de ácido nítrico, desecando luego el producto completamente bajo la lámpara de infrarrojos hasta que desaparezcan los humos blancos y repitiendo el tratamiento en la ufla durante cuatro horas como mínimo.

Redisolver las cenizas con 1 ml de ácido nítrico y transferir al matriz aforado de 50 ml, completando hasta dicho volumen.

4.3. *Determinación por vía directa*

Es posible efectuar directamente las determinaciones sin mineralización de la muestra.

Efectúese la determinación del calcio en presencia de lantano al 0,5 %, diluyendo la solución original (2.3).

4.4. *Determinación*

Dilúyanse las soluciones muestra de manera que la concentración del calcio que debe analizarse esté comprendida en el intervalo de concentración de la recta de calibrado.

Calcio: λ= 422,7 mm

llama: aire/acetileno

corrector de fondo

4.5. *Preparación de la recta de calibrado*

Tómense cuatro matraces de 10 ml e introdúzcase en ellos 1 ml de ácido nítrico concentrado y 1 ml de una solución al 5 % de lantano (2.3).

Introdúzcase a continuación en cada matraz 0,1,3,5 ml de una solución de calcio con 10 ppm, completando hasta el volumen con agua bidestilada.

Determínese la absorbencia para cada solución y constrúyase la curva de calibrado tras restar del valor de los estándares el valor en blanco.

5. **Cálculos**

Se calcularán los contenidos en calcio a partir de los valores de calibrado correspondientes determinados en cada serie de medidas, tomando en cuenta los valores de dilución.

6. **Precisión del método**

Repetibilidad (r):

Calcio: $r = 1,1 + 0,029\ x_i$ mg/l;

Reproductibilidad (R):

Calcio: $R = 2,2 + 0,116\ x_i$ mg/l;

x_i = concentración medida.

CONTENIDO EN ÓXIDO DE SILICIO

1. **Procedimiento**

Pésense en un recipiente de 300 ml 10 g de polvo o de copos de tomates, ajustando al centígramo.

Añádanse 200 ml de agua, mézclese bien y déjese decantar durante 10 minutos.

Elimínese el líquido sobrenadante con precaución. Efectúese de nuevo esta operación por segunda vez. Recójase el residuo sólido sobre un filtro ultrarrápido sin cenizas. Calcínese el residuo en una cápsula de porcelana por incineración. Si fuera necesario, vuélvase a diluir con un poco de agua destilada e introdúzcase de nuevo en el horno hasta que las cenizas sean blancas.

▼B

Disuélvanse con 10 cm^3 de ácido nítrico (d = 1,4) diluido al 50 %. Caliéntese muy ligeramente y recójase el precipitado sobre un filtro de pliegues sin cenizas, séquese y calcínese sobre un crisol tarado (m°). En caso necesario, disuélvase como antes con un poco de agua destilada y recalcínese si las cenizas no son blancas. Pésese el crisol (m).

2. **Cálculos**

$(m - m°) \times 10$ = porcentaje de óxido de silico presente en el polvo.