

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y COMERCIO

10

Decreto 673/972. — Se aprueba la tipificación de Oleomargarina, Oleoblanqueado y Oleoestearina a los efectos de la exportación.

Ministerio de Industria y Comercio.

Montevideo, 11 de octubre de 1972.

Visto: la nota del Laboratorio de Análisis y Ensayos, por la cual propone la tipificación de Oleomargarina, Oleoblanqueado y Oleoestearina, de producción nacional, así como los métodos normalizados de análisis con vistas de someter las exportaciones de dichos productos al previo control de su calidad;

Resultando: I) Que se trata de productos obtenidos de materias primas provenientes de la faena, de animales bovinos y ovinos;

II) Que existe mercado para la comercialización de esos productos, dentro y fuera del marco de la ALALC;

Considerando: que es conveniente establecer los requisitos técnicos a que deben ajustarse las exportaciones de dichos productos;

Atento: a lo dispuesto por las leyes N.º 13.318, de 28 de diciembre de 1964 y N.º 13.640 de 26 de diciembre de 1967;

El Presidente de la República,

DECRETA:

Artículo 1.º Apruébase la tipificación de Oleomargarina, Oleoblanqueado y Oleoestearina, así como los métodos normalizados de análisis, que aparecen en los Anexos 1 y 2 que se consideran formando parte del presente decreto.

Art. 2.º A partir del 1.º de diciembre de 1972, las firmas exportadoras deberán presentar ante los Organismos Públicos intervinientes en las operaciones de exportación, un certificado de calidad expedido por el Laboratorio de Análisis y Ensayos conforme a las tipificaciones aprobadas por el presente decreto, sin cuyo requisito no darán curso a las gestiones de exportación de los productos mencionados en el artículo anterior.

Art. 3.º Comuníquese, publíquese, dese cuenta a la Asamblea General y vuelva al Laboratorio de Análisis y Ensayos para su archivo. — BORDABERRY. — LUIS A. BALPARDA BLENGIO.

ANEXO 1

TIPIFICACION DE OLEOMARGARINA, OLEOBLANQUEADO Y OLEOESTEARINA

1. AMBITO DE APLICACION

Esta tipificación establece las características físicas, químicas y organolépticas que deben poseer la Oleomargarina, el Oleoblanqueado y la Oleoestearina, para exportación. Se estipulan además los métodos de toma de muestra y los de análisis para las determinaciones mencionadas. Se incluyen asimismo las exigencias correspondientes al envasado y rotulado.

2. DEFINICIONES

2.1. Oleomargarina y Oleoblanqueado

Ambos productos son obtenidos por prensado, cristalización u otros métodos, a partir de sebo o de primeros jugos, procedimientos que tienen como fin separar la mayor parte de los triglicéridos sólidos y otorgar a los productos las características que luego se mencionan. Ambos productos pedrán sufrir procesos de neutralizado, desodorizado y decolorado. Las diferencias entre ambos productos se deben a distintos grados de separación, realizándose en la Oleomargarina, una separación más profunda de los glicéricos.

2.2. Oleoestearina

Se denomina así al remanente sólido resultante de extraer por los métodos antes mencionados, la fracción oleosa de los primeros jugos o del sebo. Podrá sufrir los procesos antes mencionados. Las materias primas utilizadas serán obtenidas por fusión u otros medios, de tejidos grasos limpios y

sanos de animales bovinos y/o ovinos, en buenas condiciones sanitarias en el momento del sacrificio y aptos para el consumo de acuerdo a la legislación nacional.

3. ESPECIFICACIONES

3.1. Oleomargarina

- 3.1.1. Color: Blanco cremoso a amarillo pálido.
- 3.1.2. Olor y sabor: Característico, ligero olor a sebo, exento de olores extraños. Idénticas consideraciones para el sabor.
- 3.1.3. Título: máximo 42°C.
- 3.1.4. Punto de fusión (Wiley): máximo 38°C.
- 3.1.5. Número de Iodo: máximo 48.
- 3.1.6. Acidez (ácidos grasos libres o/o expresados en ácido oleico):
  - a) Oleomargarina industrial: máximo 1 o/o.
  - b) Oleomargarina comestible: máximo 0.2 o/o.
- 3.1.7. Humedad más impurezas insolubles:
  - a) Oleomargarina industrial: máximo 1 o/o.
  - b) Oleomargarina comestible: máximo 0.2 o/o.

3.2. Oleoblanqueado

- 3.2.1. Color: Blanco cremoso o amarillo pálido.
- 3.2.2. Olor y sabor: Característico, con ligero olor a sebo, exento de olores extraños. Idénticas consideraciones para el sabor.
- 3.2.3. Título: máximo 43°C.
- 3.2.4. Punto de fusión (Wiley): máximo 42°C.
- 3.2.5. Número de Yodo: máximo 48.
- 3.2.6. Acidez (ácido grasos libres o/o expresados, en ácido oleico):
  - a) Oleoblanqueado industrial: máximo 1 o/o.
  - b) Oleoblanqueado comestible: máximo 0.2 o/o.
- 3.2.7. Humedad mas Impurezas insolubles:
  - a) Oleoblanqueado industrial: máximo 1 o/o.
  - b) Oleoblanqueado comestible: máximo 0.5 o/o.

Nota: Sobre los productos ya mencionados el Laboratorio de Análisis y Ensayos realizará análisis dilatométricos confirmatorios, en todas las ocasiones que lo considere necesario.

3.3. Oleoestearina

- 3.3.1. Color: Blanco, cremoso o blanco amarillento.
- 3.3.2. Olor y sabor: Característico, con ligero olor a sebo, exento de olores extraños, Idénticas consideraciones para el sabor.
- 3.3.3. Título: mínimo 49°C.
- 3.3.4. Acidez (Acidos grasos libres o/o expresados en ácido oleico):
  - a) Oleoestearina industrial: máximo 1 o/o.
  - b) Oleoestearina comestible: máximo 0.2 o/o.
- 3.3.5. Humedad mas Impurezas insolubles:
  - a) Oleoestearina industrial: máximo 1 o/o.
  - b) Oleoestearina comestible: máximo 0.5 o/o.

3.4. Características comunes a los tres productos

3.4.1. Aditivos.

En relación al contenido de colorantes, aromatizantes, emulsionantes, antioxidantes, sinérgicos antioxidantes, antiespumantes e inhibidores de la cristalización, el Laboratorio de Análisis y Ensayos verificará que se cumplan las reglamentaciones internas de los países compradores.

Esto siempre que estos productos no sean usados para enmascarar defectos de calidad o que se usen como sucedáneos de las características naturales del producto.

4. TOMA DE MUESTRAS

La toma de muestras, recepción y tratamiento de ellas se hará de acuerdo a los "Recommended standard proce."

ture for sampling of vegetable oils and fats" de la International Association of Seed Crushers.

## 5. CATEGORIAS

De acuerdo a las características químicas, físicas y organolépticas que posean los distintos productos se definen las siguientes categorías:

### 5.1. Industrial

Se denominarán así aquellos que tengan una acidez máxima del 1.0% y un contenido de humedad mas impurezas insolubles máximo de 1.0%.

### 5.2. Comestible

Se denominarán así aquellos que tengan una acidez máxima de 0.2% y un contenido de humedad más impurezas insolubles máximo de 0.5%.

## 6. ANALISIS Y ENSAYOS

- 6.1. Punto de fusión (Método Wiley).
- 6.2. Título.
- 6.3. Índice de Iodo.
- 6.4. Humedad e impurezas insolubles.
- 6.5. Acidez.
- 6.6. Aditivos.
- 6.7. Dilatometría.

## 7. ENVASES

Podrán ser envasados y embarcados en todos los sistemas convencionales, quedando sometidos todos ellos a la aceptación final del Laboratorio de Análisis y Ensayos. En el caso de que el producto posea las características de comestible, el envase deberá llenar las condiciones bromatológicas indispensables.

En todos los casos deberá posibilitar el correcto muestreo.

## 8. ROTULADO

Deberá llevar como mínimo las siguientes inscripciones:

- 8.1. Nombre del producto (podrán incluirse datos analíticos).
- 8.2. Designación (o tipo) Industrial o Comestible.
- 8.3. Peso neto y bruto (si es posible).
- 8.4. Nombre y dirección del fabricante.
- 8.5. Industria Uruguaya.
- 8.6. Sello de calidad del Laboratorio de Análisis y Ensayos.

## ANEXO 2

### METODOS NORMALIZADOS DE ANALISIS

Los métodos de análisis y ensayos que a continuación se describen corresponden a métodos standard de la AOCS (American Oil Chemist Society) Ellos son:

- I. Wiley Melting Point: AOCS Official Method Cc 2.38.
- II. Titer Test: AOCS Tentative Method Cc 12.59.
- III. Iodine Value: AOCS Official Method Cd 1-25.
- IV. Moisture. (Distillation Method): AOCS Official Method Ca 2a.45.
- V. Insoluble Impurities: AOCS Official Method Ca 3-46.
- VI. Free Fatty Acids: AOCS Official Method Ca 4a.40.

### I)..PUNTO DE FUSION (METODO WILEY)

#### Definición:

El punto de fusión Wiley es la temperatura a la cual, bajo las condiciones del test, un disco de la muestra toma forma esférica. Esto es un índice de la temperatura a la cual la muestra funde.

#### A. EQUIPOS

1. Equipo para enfriamiento. Si se posee un refrigerador para temperaturas de 5-10°C, se utilizará una lámina cuadrada de acero de 10 mm. de espesor y 150 mm. de lado para enfriar las muestras. Esta lámina deberá estar perfectamente pulida para coincidir con la lámina de aluminio perforada donde va a estar colocada la muestra.

Si no se dispone del refrigerador se puede construir un baño de enfriamiento como se muestra en el Método AOCS Cc 2.38 y usarlo tal como se indica en él.

2. Una lámina de aluminio perforado, cuadrada (4" de lado) y con 9 orificios distribuidos homogéneamente en 3 filas de 3 c/u. 3/8" de diámetro cada uno de ellos.
3. Termómetro: Graduado en 1/10 de grado.
4. Tubos de ensayos de 300 mm. de longitud total y diámetro interior de 35.38 mm.
5. Un recipiente de vidrio de 200 mm. de altura y unos 85 mm. de diámetro.

#### B. PROCEDIMIENTO

1. Se prepara una mezcla hidroalcohólica de igual densidad que la muestra. Se le prepara a partir de agua destilada y alcohol de 95 o/o, los cuales fueron hervidos por lo menos, durante 10 minutos para eliminar todos los gases en ellos incluidos. Se llena el tubo de ensayo hasta la mitad con agua caliente y luego se vierte el alcohol desde el fondo hacia arriba. El alcohol no debe ser añadido si el agua está fría.
2. Si se usa la lámina de acero antedicha, ella deberá estar completamente enfriada antes de ser usada.
3. Se funde la muestra y se la filtra a través de papel para eliminar las impurezas y toda traza de humedad. La muestra debe estar completamente seca. Se la vierte en los orificios de la lámina de aluminio (ella está colocada sobre la lámina de acero) y se la deja en el refrigerador 2 horas hasta que se enfríe completamente.
4. Se eliminan los excesos de grasas que están por encima del nivel de la lámina y se separan los discos. Se coloca un disco en uno de los tubos de ensayo, previamente llenado con una solución hidroalcohólica y ya enfriado, en un baño de hielo-agua hasta por lo menos 10°C, por debajo del punto de fusión esperado.
5. Se coloca el tubo de ensayos en un baño de agua fría. Se introduce el termómetro hasta que su bulbo esté justo encima del disco, se lo rota lentamente alrededor de este para mantener uniforme la temperatura mientras se calienta el baño. Se calienta el baño lentamente y se agita el agua constantemente con una corriente de aire.
6. Al aumentar la temperatura, el disco cambia constantemente de forma. Siempre debe mantenerse el termómetro en las cercanías de él.
7. Se continúa rotando el termómetro y se regula el calentamiento de tal forma que lleve unos 10 minutos a aumentar 2°C la temperatura del baño.
8. Se deberá observar la temperatura a la cual el disco de grasa se vuelve completamente esférico. Este es el punto de fusión de Wiley. En este punto la temperatura del baño no debe estar más de 1.5°C por encima del punto de fusión determinado.
9. Se realizará una primera determinación de titer, y luego dos definitivas las cuales no deben diferir en más de 1°C.

Nota: Si el disco en algún momento toca las paredes del tubo la determinación se debe repetir.

### II)..TITULO

#### Definición:

Este método determina el punto de solidificación de los ácidos grasos.

#### A. EQUIPOS

1. Para títulos superiores a 35°C: Un recipiente de 2 litros y un frasco de boca ancha (38 mm.) de 450 ml. de capacidad y una altura de 190 mm. El equipo es tal como se ilustra en Método Oficial A.O.C.S. G 6-40.
2. Tubos de ensayo de 100 mm. de longitud y 25 mm. de diámetro. Estos tubos deben tener una marca a 57 mm. del fondo para llenarlos hasta ella.
3. Recipiente de saponificación. Puede ser un vaso de bohemia, un matraz u otro recipiente de la capacidad apropiada.
4. Una varilla para agitar de 2.3 mm. de diámetro exterior con una extremidad doblada en forma de arco, este de unos 19 mm. de diámetro exterior. La agitación puede hacerse manual o mecánicamente.
5. Un termómetro para un rango de 0-150°C.

6. Un termómetro para Título: Graduado en 1/10 de Grado centígrado.

7. Papel de filtro cualitativo (rápido).

**B. REACTIVOS**

1. Con la ayuda del calor disolver 250 gr. de KOH en 1.250 g. de Glicerina. No calentar nunca encima de 135-145°C.

2. Acido sulfúrico diluido 30 o/o en peso. Se prepara añadiendo 16 ml. de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p.e. 1.84) a 70 ml. de agua destilada.

3. Hielo.

**C. PROCEDIMIENTO**

(a) preparación de los ácidos grasos.

1. Poner 110 g. de la mezcla de KOH con glicerina en el recipiente de saponificación. Calentar hasta 150°C. agitando mientras. Añadir unos 50 ml. de la grasa fundida y volver a calentar hasta 140-150°C. En algunos casos es necesario agregar algo más de la mezcla para asegurar la completa saponificación.

2. Continuar agitando hasta asegurar la completa saponificación. Nunca se debe calentar por encima de los 150°C.

3. Enfriar lentamente, añadir de 200 a 300 ml. de agua destilada y agitar la masa jabonosa, calentando si es necesario, hasta que el jabón se disuelva perfectamente. Añadir cuidadosamente, sin detener la agitación 50 ml. de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> diluido. Se hierve a continuación hasta que los ácidos grasos estén completamente fundidos y claros. Si es necesario se puede agregar más agua.

4. Eliminar la capa acuosa que contiene el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; se puede realizar esto mediante un sifón u otro medio adecuado. Nuevamente agregar agua y volver a calentar hasta que los ácidos grasos estén completamente fundidos y claros, obtener esto es a veces muy dificultoso.

5. Eliminar el agua nuevamente como en el párrafo anterior repetir la operación tantas veces como sea necesario hasta que las aguas eliminadas sean neutras frente al anaranjado de metilo.

6. Filtrar los ácidos grasos a través de papel de filtro; este puede estar sostenido por un pequeño vaso, sin necesidad de usar un embudo. Durante toda la filtración, los ácidos deben estar fundidos.

7. Los ácidos grasos filtrados, se calientan en una plancha caliente a 130°C., para eliminar toda humedad residual. Luego de esto se llena con ellos un tubo de ensayos para título hasta la marca realizada en ellos. Si en la etapa de secado se observa que existe mucha humedad se deja decantar el agua, se la separa y recién luego se vuelve a calentar.

(b) Solidificación de los ácidos grasos.

1. Para títulos superior a 35°C., se llena el baño de agua hasta el nivel deseado y se ajusta la temperatura 15 o 20°C., por debajo del título esperado.

2. Colocar el tubo de ensayo con los ácidos grasos en el aparato para título. (Ver esquema de él en A.O.C.S. Tentative Method Cc 12-59. Colocar el termómetro para título de forma equidistante de la pared del tubo.

3. Comenzar a agitar a razón de 100 movimientos (arriba-abajo) por minuto. La agitación se debe hacer abarcando una distancia vertical de aproximadamente 38 mm. La agitación se comienza cuando la temperatura está por lo menos 10°C., por encima del título esperado.

4. Se agita hasta que la temperatura se mantenga constante por lo menos 30 seg. a que comienza a subir en menos de 30 seg. En ese caso se cesa la agitación y se quita el agitador, de los ácidos grasos, y se observa el aumento en la temperatura. La mayor temperatura alcanzada corresponde al título. Entre dos determinaciones no debe haber una separación mayor de 0.2°C.

**III) INDICE DE IODO**

**Definición:**

El índice de Iodo es una medida de la insaturación de las grasas y se expresa en términos de números de centigramos de Iodo absorbido por gramos de toma.

**A. EQUIPOS**

1. Erlenmeyers de 500 ml. con boca ancha y con tapones esmerilados.
2. Matraces aforados de 1000 ml.
3. Una pipeta de 20 ml.
4. Dos pipetas de 25 ml.
5. Frascos pirox color caramelo de 1000 ml.
6. Papel de filtro Whatman N.º 41 H.
7. Balanza Analítica.

**B. REACTIVOS**

1. Acido acético glacial p.p.a. Se debe realizar el test del permanganato sobre este ácido. El test es el siguiente: Diluir 2 ml. de ácido con 10 ml. de agua y añadir 0.1 ml. de KMnO<sub>4</sub> 0.1N. El color rosa no debe desaparecer por lo menos antes de 2 horas.
2. Yoduro de potasio p.p.a.
3. Cloro (99.8 o/o de pureza). Se lo obtiene pasando cloro comercial a través de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> para secarlo antes de añadirlo a la solución de Iodo.
4. Tetracloruro de Carbono p.p.a.
5. Acido Clorhídrico p.p.a. Densidad 1.19
6. Almidón soluble.  
Test para sensibilidad  
Hacer una pasta con 1 g. de almidón y una pequeña cantidad de agua destilada, fría. Añadir mientras se agita 200 ml. de agua hirviendo. Colocar 5 ml. de esta solución en 100 ml. de agua y añadir 0.05 ml. de una solución de iodo 0.1N. El color azul producido debe desaparecer al añadir 0.05 ml. de solución 0.1N de tiosulfato de sodio.
7. Dicromato de potasio p.p.a. Desechado a 110°C.
8. Tiosulfato de sodio (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O) p.p.a.
9. Iodo p.p.a.
10. Acido Sulfúrico p.p.a. Densidad 1.84.

**C. SOLUCIONES**

1. Solución de Ioduro de Potasio. Disolver 150 g. de KI en agua y llevar a un litro.
2. Solución de Almidón. Hacer una pasta homogénea con 10 g. de almidón soluble en agua destilada fría. Añadir a esto 1 litro de agua destilada hirviendo, agitar y enfriar. Se puede añadir ácido salicílico (1.25 g/l) para preservar la solución. Si se va a almacenar la solución por largo tiempo es conveniente mantenerla en un refrigerador a 4-10°C.
3. Solución standard de dicromato de potasio 0.1N. Se disuelven 4.9035 g. de dicromato de potasio seco y finalmente molido en agua destilada y se llega a un volumen final a 1000 ml.
4. Solución de tiosulfato de sodio 0.1N. Se disuelven 24.8 g. de tiosulfato de sodio en agua destilada y se diluye a 1 litro.

**Titulación:** Se colocan 25 ml. de solución de dicromato de potasio en un erlenmeyer, se añaden 5 ml. de HCL y 10 ml. de solución de KI. Se agita vigorosamente. Se deja descansar 5 minutos y se agregan luego 100 ml. de agua.  
Se titula con la solución de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasta que el color amarillo casi desaparece en ese momento se agregan 2 ml. de indicador y se continua titulando hasta que desaparece la coloración azul.  
N (sol. de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) = 2.5/gasto de solución en ml.

5. Solución de Wijs. Disolver 13.0 g. de Iodo en 1 litro de ácido acético glacial. Calentar lo suficiente para promover la disolución. Enfriar y separar una pequeña cantidad (de 100 a 200 ml.) para usos futuros. pasar cloro seco a través de la solución de Iodo hasta que la titulación original sea duplicada. Un procedimiento conveniente es añadir un exceso de cloro y volver atrás hasta la valoración deseada mediante la adición de porciones de la solución de re-

serva. Se guardará en la oscuridad y nunca a más de 30°C.

La solución original de Iodo y la final de Wijs se titulan con  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  como se explica en D. (6 y 7).

6. La relación I/Cl en la solución Wijs debe ser 1.10 + 0.1. El procedimiento para determinarla es el siguiente:

guiente:

I) Contenido de Iodo.

- Colocar 150 ml. de agua saturada con cloro en un erlenmeyer de 500 ml. y añadir algunos trozos de vidrio para controlar la ebullición.
- Colocar 5 ml. de la solución de Wijs en el erlenmeyer, agitar y calentar hasta la ebullición.
- Hervir violentamente durante 10 minutos, enfriar y agregar 30 ml. de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  al 2 % y 15 ml. de solución de KI al 15 %.
- Agitar y titular inmediatamente con solución de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

II) Contenido total de halógenos.

- Colocar 150 ml. de agua destilada recientemente hervida en un erlenmeyer limpio y seco de 500 ml.
- Añadir 15 ml. de solución de KI al 15 %.
- Se colocan en el matraz 15 ml. de la solución de Wijs.
- Se titula con la solución de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .  
Cálculo de la relación de Halógenos.

$$\text{Relación de Halógenos} = R = \frac{2A}{3B - 2A}$$

A = ml. de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  gastados en la determinación I.

B = ml. de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  gastados en la determinación II.

**D. PROCEDIMIENTO**

- Se funde la muestra y se filtra a través de papel (no debe encontrarse la muestra a más de 10 — 15°C. sobre su punto de fusión). La muestra debe estar absolutamente seca.
- La muestra pesada exactamente se coloca en un matraz de 500 ml. en el cual ya se han introducido 20 ml. de  $\text{CCL}_4$ . El peso de la toma debe ser tal que haya de un 60 a un 60 % de solución de Wijs en exceso. Es decir de un 100 a 150 % de la cantidad absorbida. El uso de la siguiente tabla es conveniente para determinar la toma a usar.

| Indice de Iodo | peso de muestra (g) |        | exactitud (g) |
|----------------|---------------------|--------|---------------|
|                | 100 %               | 150 %  |               |
| menor de       | exceso              | exceso | de la pesada  |
| 3              | 10                  | 10     | +             |
| 3              | 10.576              | 8.4613 | .001          |
| 5              | 6.346               | 5.0770 | .0005         |
| 10             | 3.1730              | 2.5384 | .0002         |
| 20             | 1.5865              | .8461  | .0002         |
| 40             | .7935               | .6346  | .0002         |
| 60             | .5288               | .4231  | .0002         |
| 80             | .3966               | .3174  | .0001         |
| 100            | .3173               | .2538  | .0001         |

- Se ponen 25 ml. de solución de Wijs dentro del matraz y se agita hasta asegurar la mezcla completa.
- Se llevarán por lo menos 2 determinaciones en blanco por cada grupo de muestras.
- Se dejan los matraces en la oscuridad 30 minutos a 25 + 5°C.
- Luego se añaden a los matraces 20 ml. de solución de KI y 100 ml. de agua destilada.
- Se titulan con  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  como se vio anteriormente. Se usa de 1 a 2 ml. de indicador.

**E. CALCULOS**

$$\text{Número de Iodo} = \frac{(B-S) \cdot N \cdot 12.69}{\text{paso de la toma}}$$

B es el gasto en los ensayos en blanco.

S gasto en la valoración de la muestra.

N es la normalidad de la solución de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

**IV) HUMEDAD (Método por destilación)**

Definición:

Este método determina la humedad por destilación con un solvente inmiscible.

**A. APARATOS**

- Un equipo de destilación de vidrio tal como el que se muestra en el método A.O.C.S. Todas las conexiones deben ser esmeriladas.
  - Un balón de cuello corto de 500 - 1000 ml.
  - Un condensador (con agua como medio de intercambio) cuyo extremo inferior deberá estar 7 mm. sobre la superficie del líquido en la trampa después que las condiciones de destilación han sido establecidas.
  - Una trampa graduada para contener 5 ml. a 20°C. Estará dividida en divisiones de 0.1. ml. El error de cualquier capacidad indicada no deberá exceder de 0.05 ml.
  - Es conveniente aislar apropiadamente el balón y la tubería que va desde él hasta el condensador.
  - Calibración de la Trampa. Se coloca en el balón + 1. ml. — 0.01 ml. de agua destilada y 100 ml. de tolueno. Se conduce la destilación como se indica en los parágrafos D2 a D5 y se realiza el cálculo como en E. Se enfría el aparato y se añade otro ml. siguiendo el mismo procedimiento, se repite esto hasta calibrar los 5 ml.
- Una pipeta graduada, de 1.0 ml. (dividida de 0.01 ml)
- Una fuente de calor controlable.
- Un alambre de cromo o cromo-níquel algo más largo que el condensador, con un espiral en la punta. El diámetro del espiral debe ser tal que permita su movimiento a lo largo del condensador y la trampa.
- Balanza analítica.

**B. REACTIVOS**

- Tolueno p.p.a.

**C. PREPARACION DE LA MUESTRA**

Deben ser perfectamente homogéneas, si es necesario se las puede calentar para mezclarlas (pero nunca llegar a fundirlas).

**D. PROCEDIMIENTO**

El aparato completo debe ser limpiado con mezcla sulfocrómica, lavado y secado perfectamente para no permitir que se adhiera agua en las paredes del condensador o de la trampa.

- El tamaño de la muestra depende del contenido de humedad esperado.

| Rango de la humedad esperado | Peso de la Toma |
|------------------------------|-----------------|
| menor de 1 ojo               | 200 g.          |
| del 1 a 5 ojo                | 100 g.          |

- Colocar la muestra en el balón, añadir por lo menos un volumen igual de solvente (nunca menor de 100 ml.) y agitar para mezclar. Armar el equipo y llenar la trampa con solvente a través del condensador hasta que comienza a caer hacia el balón. Se tapa luego la boca del condensador con algodón para no permitir la condensación de la humedad atmosférica.
- Calentar y comenzar a destilar a razón de 100 gotas min. Cuando casi toda el agua haya destilado se aumenta la velocidad a 200 gotas/min. y se continúa destilando unos 30 minutos luego de haberse estacionado el nivel de agua en la trampa.
- Se eliminan las gotas adheridas en el condensador o en la trampa con la ayuda del alambre y luego se lava con 5 ml. de tolueno.
- Se sumerge la trampa en agua a 25°C. por unos 15 minutos y cuando la capa de tolueno es clara se lee el volumen de agua.

CALCULOS

Humedad ojo =  $\frac{\text{Volúmen de agua } 99,1}{\text{Peso de la toma}}$

V) IMPUREZAS INSOLUBLES

Clon:

Este método determina las sustancias extrañas insolubles en keroseno y éter de petróleo que posea el producto.

PARATOS

Un crisol Gooch preparado con una almohadilla de asbestos (lavada con ácidos) de unos 2 mm. de espesor. Se lo lava con agua, alcohol y éter. Se seca hasta peso constante a  $101^{\circ} - 10^{\circ}C$ , se lo enfría en un desecador hasta temperatura ambiente y se pesa. Un kitasato de tamaño conveniente y un adaptador para el crisol de Gooch.

Balanza analítica.

REACTIVOS

Éter de petróleo p.p.a.

Keroseno. Debe poseer un "flash point" no inferior a  $23^{\circ}C$ , (de acuerdo a A.S.T.M. D. 56). Debe ser filtrado previamente a su uso en un crisol de Gooch preparado de forma similar a la vista en A. 1.

REPARACION DE LA MUESTRA

Debe ser homogeneizada muy bien. Si es necesario se la debe calentar algo para ablandarla pero sin llegar a hervirla en ningún momento.

PROCEDIMIENTO

Se usará para la determinación el residuo obtenido luego de haber eliminado el agua de la muestra por alguno de los métodos convencionales (AOCS Ca2b-38 o Ca2d-25).

Añadir 50 ml. de keroseno al residuo y calentarlo en un baño de agua para disolver la grasa.

Filtrar a través del crisol de Gooch con la ayuda de un vacío. Se lava con 5 porciones de 10 ml. de keroseno caliente, dejando drenar cada porción antes de añadir la siguiente.

Lavar fuertemente con éter de petróleo para eliminar totalmente el keroseno. Secar el crisol a  $101 - 10^{\circ}C$ , enfriar a la temperatura ambiente en un desecador y pesar.

CALCULOS

Impurezas insolubles ojo = ganancia en peso del crisol, 100

VI) ACIDOS GRASOS LIBRES

Clon:

Este método determina el contenido en ácidos grasos libres de la muestra.

PARATOS

Erlenmeyers de 250 ml.  
Balanza analítica.

REACTIVOS

Alcohol etílico al 95 ojo. Debe dar un neto punto final al realizar la valoración con fenolftaleína. Debe ser neutralizado con álcalis antes de ser usado, debe neutralizar hasta que posea un débil pero permanente color rosado.  
Solución de fenolftaleína al 1 ojo en alcohol 95 ojo.  
Soluciones valoradas de NaOH.

C. PROCEDIMIENTOS

| Rango de Ácidos G. Libres | Tema        | ml. de Alcohol | NaOH   |
|---------------------------|-------------|----------------|--------|
| 0.00 — 0.2                | 56.4 ± 0.2g | 50             | 0.1 N  |
| 0.2 — 1.0                 | 28.2 ± 0.2g | 50             | 0.1 N  |
| 1.0 — 30                  | 7.05 ± 0.05 | 75             | 0.25 N |

1. Las muestras deben estar bien homogeneizadas y totalmente líquidas, antes de ser pesadas.
2. De acuerdo con la tabla anterior elegir la muestra adecuada y pesarla dentro de un erlenmeyer.
3. Añadir la cantidad especificada de alcohol (caliente y neutralizado) y 2 ml. de indicador.
4. Titular hasta obtener el mismo color que se obtuvo al neutralizar el alcohol. El color rosa debe permanecer por lo menos 30 segundos.

D. CALCULOS

ACIDOS GRASOS LIBRES ojo (EN ACIDO OLEICO) =

$$\frac{\text{ml. gastados. N. 282}}{\text{peso de la muestra}}$$

N es la normalidad de la solución de NaOH utilizada.

VII) ADITIVOS

Se utilizan los métodos standard adecuados para cada uno de los distintos aditivos. Para ello se usarán:

Métodos A.O.C.S., A.S.T.M. COPANT, etc.

11

Decreto 674/972. — Se aprueba la tipificación de "Queso Camembert" a los efectos de la exportación

Ministerio de Industria y Comercio

Montevideo, 11 de octubre de 1972.

Visto: la nota del Laboratorio de Análisis y Ensayos, por la cual propone la tipificación de "Queso Camembert", de producción nacional, con vistas de someter las exportaciones de dicho producto al contralor de calidad.

Resultando: que se trata de un tipo de queso que se elabora en condiciones adecuadas en nuestro país.

Considerando: que existen posibilidades de exportación.

Atento: a lo dispuesto por las leyes N.º 13.318, de 28 de diciembre de 1964 y N.º 13.640 de 26 de diciembre de 1967.

El Presidente de la República,

DECRETA:

Artículo 1.º Apruébase la tipificación de "Queso Camembert", de producción nacional, que aparece en el Anexo que se forma formando parte del presente decreto

Art. 2.º A partir del 1.º de diciembre de 1972, las firmas exportadoras deberán presentar ante los Organismos Públicos intervinientes en las operaciones de exportación, un certificado de calidad expedido por el Laboratorio de Análisis y Ensayos, conforme a la tipificación aprobada por el presente decreto, sin cuyo requisito no darán curso a las gestiones de exportación de los productos mencionados en el artículo anterior.

Art. 3.º Comuníquese, publíquese, dándose cuenta a la Asamblea General y vuelva al Laboratorio de Análisis y Ensayos para su archivo. — BORDABERRY. — LUIS BALPARDA BLENGIO