

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, DESENVOLVIMENTO RURAL E PISCAS

Decreto-Lei n.º 290/2003

de 15 de Novembro

O Decreto-Lei n.º 302/85, de 29 de Julho, estabelece as características e regula o acondicionamento e a rotulagem de determinados açúcares constituídos por sacarose, glucose e frutose destinados à alimentação humana, adoptando algumas disposições da Directiva n.º 73/437/CEE, do Conselho, de 11 de Dezembro, relativa à aproximação das legislações dos Estados membros respeitantes a determinados açúcares destinados à alimentação humana.

A Directiva n.º 2001/111/CE, do Conselho, de 20 de Dezembro, relativa a determinados açúcares destinados à alimentação humana, veio reformular a Directiva n.º 73/437/CEE, tornando mais acessíveis as regras relativas às condições de fabrico e comercialização de certos açúcares destinados à alimentação humana, adaptando-as à legislação comunitária geral aplicável aos géneros alimentícios, especialmente a relativa à rotulagem, aos corantes e outros aditivos autorizados e, ainda, aos solventes de extracção e métodos de análise.

Os métodos de análise para o controlo de determinados açúcares destinados à alimentação humana foram fixados pela Primeira Directiva n.º 79/96/CEE, da Comissão, de 26 de Julho, adoptada na ordem jurídica nacional pela Portaria n.º 976/85, de 31 de Dezembro, que, para além dos métodos de análise comunitários, fixou outros não harmonizados.

Em cumprimento do artigo 7.º da Directiva n.º 2001/111/CE, do Conselho, de 20 de Dezembro, este diploma transpõe para a ordem jurídica interna as disposições comunitárias relativas às definições e características de certos açúcares destinados à alimentação humana e, ainda, as regras a que deve obedecer o seu acondicionamento e rotulagem.

Adoptam-se igualmente os métodos de análise comunitários fixados pela Primeira Directiva n.º 79/96/CEE, da Comissão, de 26 de Julho, para o controlo destes produtos.

Procede-se à revogação do Decreto-Lei n.º 302/85, de 29 de Julho, e da Portaria n.º 976/85, de 31 de Dezembro.

Para além dos métodos de análise fixados pela Primeira Directiva n.º 79/96/CEE, da Comissão, de 26 de Julho, aplicam-se igualmente os métodos previstos no Regulamento (CEE) n.º 1265/69, da Comissão, de 1 de Julho, relativo aos métodos de determinação da qualidade aplicáveis ao açúcar comprado pelos organismos de intervenção.

Importa ainda referir no contexto da matéria regulamentada por este diploma que, estando os consumidores nacionais habituados às denominações de venda «açúcar areado amarelo», «açúcar areado branco», «açúcar macio», «açúcar demerera» e «açúcar mascavado», com expressão apenas no mercado nacional, este diploma mantém essas denominações de venda, fixando regras para as mesmas, de modo que os consumidores nacionais não fiquem privados do seu consumo, já que o seu uso está tradicionalmente consagrado, não se justificando a sua eliminação do nosso mercado pelo facto de não terem sido incluídos no direito comunitário, o que limitaria a escolha do consumidor nacional.

Foram ouvidos os órgãos de governo próprio das Regiões Autónomas.

Assim:

Nos termos da alínea *a*) do n.º 1 do artigo 198.º da Constituição, o Governo decreta o seguinte:

Artigo 1.º

Objecto

O presente diploma transpõe para a ordem jurídica interna a Directiva n.º 2001/111/CE, do Conselho, de 20 de Dezembro, relativa a determinados açúcares destinados à alimentação humana.

Artigo 2.º

Âmbito de aplicação

1 — O presente diploma estabelece as características e regula o acondicionamento e rotulagem dos açúcares definidos e caracterizados na parte A do anexo I ao presente diploma, do qual faz parte integrante.

2 — Não são abrangidos pelo presente decreto-lei os produtos definidos na parte A do referido anexo I que se apresentem sob a forma de açúcar impalpável, açúcar cãndi ou pão de açúcar.

Artigo 3.º

Acondicionamento

1 — Os açúcares na venda a retalho devem apresentar-se pré-embalados.

2 — O material em contacto com os açúcares deve ser inerte e inócuo em relação ao conteúdo e garantir uma adequada conservação, conforme previsto na legislação relativa aos materiais destinados a entrar em contacto com os géneros alimentícios.

Artigo 4.º

Rotulagem

A rotulagem dos produtos abrangidos por este diploma obedece ao disposto na legislação em vigor sobre rotulagem dos géneros alimentícios, exigindo-se ainda o cumprimento das seguintes regras:

- 1) Sem prejuízo do disposto no n.º 8, as denominações de venda previstas na parte A do anexo I são reservadas aos produtos nele referidos;
- 2) A denominação de venda de açúcar ou açúcar branco pode também ser utilizada para designar açúcar branco extra;
- 3) Desde que não induzam o consumidor em erro, os açúcares abrangidos por este diploma podem ostentar, para além da denominação de venda obrigatória, outros qualificativos habitualmente utilizados no mercado comunitário;
- 4) É permitida a utilização das denominações de venda previstas neste diploma em denominações compostas para designar outros produtos, de acordo com as práticas consagradas pelo uso, desde que não enganem o consumidor;
- 5) Na rotulagem do açúcar líquido, do açúcar líquido invertido e do xarope de açúcar invertido devem figurar os teores de matéria seca e de açúcar invertido;

- 6) Aos produtos definidos nos n.ºs 4, 5 e 6 da parte A do anexo I é reservado o qualificativo «branco» quando:
- No caso do açúcar líquido, a cor da solução não exceda 25 unidades Icumsa determinadas de acordo com o método especificado na alínea c) da parte B do referido anexo;
 - No caso do açúcar líquido invertido e do xarope de açúcar invertido, o teor de cinza condutivimétrica não exceda 0,1% e cuja cor da solução não exceda 25 unidades Icumsa determinadas de acordo com o método especificado na alínea c) da parte B do referido anexo;
- 7) No caso dos xaropes de açúcar invertido cuja solução contenha cristais, deve figurar na rotulagem o qualificativo «cristalizado»;
- 8) Sempre que o xarope de glucose e o xarope de glucose desidratado contenham frutose numa proporção superior a 5% em relação à matéria seca, são rotulados, relativamente às suas denominações e enquanto ingredientes, como «xarope de glucose-frutose» ou «xarope de frutose-glucose» e «xarope de glucose-frutose desidratado» ou «xarope de frutose-glucose desidratado», respectivamente, identificando-se qual a componente presente em maior proporção;
- 9) No caso dos produtos pré-embalados com menos de 20 g, não é necessário que a respectiva rotulagem indique a sua quantidade líquida.

Artigo 5.º

Métodos de análise

1 — O anexo II deste diploma, que dele faz parte integrante, define o âmbito de aplicação dos métodos de análise a utilizar no controlo dos açúcares definidos e caracterizados na parte A do anexo I.

2 — A parte B do anexo I fixa o método de determinação do tipo de cor, do teor de cinza condutivimétrica e da cor da solução do açúcar (branco) e do açúcar branco extra definidos nos n.ºs 2 e 3 da parte A do mesmo anexo.

3 — As análises necessárias aos controlos dos critérios indicados no anexo II são efectuadas de acordo com os métodos de análise descritos no anexo III deste diploma, que dele faz parte integrante.

4 — O método Luff-Schoorl — método 6 do anexo III — deve utilizar-se para o doseamento dos açúcares redutores nos seguintes açúcares:

- Açúcar líquido;
- Açúcar branco líquido;
- Açúcar líquido invertido;
- Açúcar branco líquido invertido;
- Xarope de açúcar invertido;
- Xarope de açúcar branco invertido;
- Xarope de glucose;
- Xarope de glucose desidratado;
- Dextrose monoidratado;
- Dextrose anidra.

5 — O método Lane e Eynon — métodos 7 e 8 do anexo III — deve utilizar-se para o doseamento dos açúcares redutores nos seguintes açúcares:

- Açúcar areado amarelo;
- Açúcar areado branco;
- Açúcar macio.

Artigo 6.º

Contra-ordenações

1 — Constitui contra-ordenação punível com coima, nos montantes mínimo de € 500 e máximos de € 3740 ou de € 44 890, consoante o agente da infracção seja pessoa singular ou colectiva:

- O fabrico ou a comercialização, com falta de características legais, dos açúcares definidos na parte A do anexo I ao presente diploma;
- A apresentação ao consumidor dos açúcares abrangidos por este diploma não pré-emballados;
- A falta, inexactidão ou deficiência das menções de rotulagem previstas no artigo 4.º deste diploma.

2 — A infracção ao disposto no n.º 2 do artigo 3.º constitui contra-ordenação prevista e punida nos termos do Decreto-Lei n.º 193/88, de 30 de Maio, e respectiva regulamentação.

3 — A tentativa e a negligência são puníveis.

Artigo 7.º

Sanções acessórias

1 — Consoante a gravidade da contra-ordenação e a culpa do agente podem ser aplicadas, cumulativamente com a coima, as seguintes sanções acessórias:

- Perda de objectos pertencentes ao agente;
- Interdição do exercício de profissões ou actividades cujo exercício dependa de título público ou de autorização ou homologação de autoridade pública;
- Privação do direito de subsídio ou benefício outorgado por entidades ou serviços públicos;
- Privação do direito de participar em feiras ou mercados;
- Encerramento do estabelecimento cujo funcionamento esteja sujeito a autorização ou licença de autoridade administrativa;
- Suspensão de autorizações, licenças e alvarás.

2 — As sanções referidas nas alíneas b) e seguintes do número anterior têm a duração máxima de dois anos contados a partir do trânsito em julgado da decisão condenatória.

Artigo 8.º

Autoridade competente

Sem prejuízo da competência atribuída por lei a outras autoridades policiais e fiscalizadoras, compete especialmente à Direcção-Geral de Fiscalização e Controlo da Qualidade Alimentar assegurar a fiscalização do cumprimento das regras previstas neste diploma.

Artigo 9.º

Autuação, instrução e aplicação da coima

1 — O levantamento dos autos de contra-ordenação compete à Direcção-Geral de Fiscalização e Controlo da Qualidade Alimentar, assim como às autoridades policiais e fiscalizadoras.

2 — A instrução dos processos de contra-ordenação compete à autoridade que levantar o auto de notícia ou, caso esta não tenha competência para o efeito, à Direcção-Geral de Fiscalização e Controlo da Qualidade Alimentar.

3 — A aplicação das coimas e sanções acessórias compete ao director-geral de Fiscalização e Controlo da Qualidade Alimentar.

Artigo 10.º

Afectação do produto das coimas

O produto das coimas é distribuído da seguinte forma:

- a) 10% para a entidade que levantou o auto de notícia;
- b) 10% para a entidade que instruiu o processo;
- c) 20% para a entidade que aplicou a coima;
- d) 60% para os cofres do Estado.

Artigo 11.º

Direito subsidiário

Às contra-ordenações e sanções acessórias previstas neste diploma e em tudo quanto nele não se encontre especialmente regulado são aplicáveis as disposições do Decreto-Lei n.º 433/82, de 23 de Outubro, com as alterações que lhe foram introduzidas pelos Decretos-Leis n.ºs 356/89, de 17 de Outubro, 244/95, de 14 de Setembro, e 323/2001, de 17 de Dezembro, e pela Lei n.º 109/2001, de 24 de Dezembro.

Artigo 12.º

Competências das Regiões Autónomas dos Açores e da Madeira

1 — Nas Regiões Autónomas dos Açores e da Madeira as competências cometidas à Direcção-Geral de Fiscalização e Controlo da Qualidade Alimentar pelo

presente diploma são exercidas pelos competentes serviços e organismos das respectivas administrações regionais, sem prejuízo das competências próprias da referida Direcção-Geral.

2 — O produto das coimas cobradas nas Regiões Autónomas constitui receita própria destas.

Artigo 13.º

Norma transitória

É autorizada a comercialização, até ao esgotamento das existências, dos produtos não conformes com o presente diploma, desde que tenham sido rotulados antes de 12 de Julho de 2004, de acordo com o Decreto-Lei n.º 302/85, de 29 de Julho.

Artigo 14.º

Norma revogatória

São revogados o Decreto-Lei n.º 302/85, de 29 de Julho, e a Portaria n.º 976/85, de 31 de Dezembro.

Artigo 15.º

Entrada em vigor

O presente diploma entra em vigor no dia seguinte ao da sua publicação.

Visto e aprovado em Conselho de Ministros de 11 de Setembro de 2003. — *José Manuel Durão Barroso — Maria Manuela Dias Ferreira Leite — António Manuel de Mendonça Martins da Cruz — Maria Celeste Ferreira Lopes Cardona — José Luís Fazenda Arnaut Duarte — Carlos Manuel Tavares da Silva — Armando José Cordeiro Sevinate Pinto.*

Promulgado em 24 de Outubro de 2003.

Publique-se.

O Presidente da República, JORGE SAMPAIO.

Referendado em 30 de Outubro de 2003.

O Primeiro-Ministro, *José Manuel Durão Barroso.*

ANEXO I

PARTE A

DENOMINAÇÕES DE VENDA, DEFINIÇÕES E CARACTERÍSTICAS

Denominações de venda e definições	Características	
1. Açúcar semibranco Sacarose purificada e cristalizada, de boa qualidade, garantida e comercializável.	a) Polarização	no mínimo 99,5° Z
	b) Teor de açúcar invertido	no máximo 0,1 %, em massa
	c) Perda por secagem	no máximo 0,1 %, em massa

Denominações de venda e definições	Características	
2. Açúcar ou açúcar branco Sacarose purificada e cristalizada, de boa qualidade, garantida e comercializável.	a) Polarização	no mínimo 99,5° Z
	b) Teor de açúcar invertido	no máximo 0,04 %, em massa
	c) Perda por secagem	no máximo 0,06 %, em massa
	d) Tipo de cor	no máximo 9 pontos, determinados conforme previsto na alínea a) da parte B deste Anexo .
3. Açúcar branco extra	a) Polarização	no mínimo 99,5 ° Z
	b) Teor de açúcar invertido	no máximo 0,04 %, em massa
	c) Perda por secagem	no máximo 0,06 %, em massa
	Produto cujo número de pontos, determinado conforme previsto na parte B deste Anexo, não ultrapasse o total de 8, nem exceda: e) 4, no que se refere ao tipo de cor; e) 6, no que se refere ao teor de cinza; - 3, no que se refere à cor da solução.	
4. Açúcar líquido Solução aquosa de sacarose.	a) Matéria seca	no mínimo 62%, em massa
	b) Teor de açúcar invertido (razão entre a frutose e dextrose: $1,0 \pm 0,2$)	no máximo 3 %, em massa, de matéria seca
	c) Cinza condutivimétrica	no máximo 0,1 %, em massa, da matéria seca, determinado conforme previsto na alínea b) da parte B deste Anexo.
	d) Cor da solução	no máximo 45 unidades Icumsa
5. Açúcar líquido invertido Solução aquosa de sacarose parcialmente invertida por hidrólise na qual a fracção correspondente ao açúcar invertido não é predominante.	e) Matéria seca	no mínimo 62% da massa
	b) Teor de açúcar invertido (razão entre a frutose e a dextrose: $1,0 \pm 0,1$)	mais de 3%, mas não mais de 50 %, em massa, da matéria seca
	c) Cinza condutivimétrica	no máximo 0,4 %, em massa, da matéria seca, determinado conforme previsto na alínea b) da parte B deste Anexo.
6. Xarope de açúcar invertido Solução aquosa, eventualmente cristalizada, de sacarose parcialmente invertida por hidrólise.	a) Teor de açúcar invertido (razão entre a frutose e a dextrose: $1,0 \pm 0,1$)	superior a 50%, em massa, da matéria seca
	b) Matéria seca	no mínimo 62%, em massa
	c) Cinza condutivimétrica	no máximo 0,4 %, em massa, da matéria seca, determinado conforme previsto na alínea b) da parte B deste Anexo.
7. Xarope de glucose Solução aquosa purificada e concentrada de sacarídeos nutritivos obtida a partir de amidos e/ou féculas e/ou inulinas.	e) Matéria seca	no mínimo 70 % em massa
	b) Equivalente em dextrose	no mínimo 20 % em massa, da matéria seca, expressos em D-glucose
	c) Cinza sulfatada	no máximo 1%, em massa, da matéria seca
8. Xarope de glucose desidratado Xarope de glucose parcialmente desidratado.	e) Matéria seca	no mínimo 93%, em massa
	b) Equivalente em dextrose	no mínimo 20% em massa, da matéria seca, expressos em D-glucose
	c) Cinza sulfatada	no máximo 1% em massa, da matéria seca
9. Dextrose ou dextrose mono-hidratada D – glucose purificada e cristalizada com uma molécula de água de cristalização.	a) Dextrose (D-glucose)	no mínimo 99,5% em massa, da matéria seca
	b) Matéria seca	no mínimo 90%, em massa
	c) Cinza sulfatada	no máximo 0,25% em massa, da matéria seca

Denominações de venda e definições	Características	
10. Dextrose ou dextrose anidra D – glucose purificada e cristalizada sem água de cristalização.	a) Matéria seca	no mínimo 98%, em massa
	b) Dextrose (D-glucose)	no mínimo 99,5%, em massa, da matéria seca
	c) Cinza sulfatada	no máximo 0,25% em massa, da matéria seca
11. Frutose D – frutose purificada e cristalizada.	a) Teor de frutose	no mínimo 98%
	b) Teor de glucose	no máximo 0,5%
	c) Perda por secagem	no máximo 0,5%, em massa
	d) Cinza condutivimétrica	no máximo 0,1%, em massa, determinado conforme o previsto na alínea b) da parte B deste Anexo.
12. Açúcar Areado Amarelo O açúcar obtido por cristalização directa de xaropes de açúcar, constituído por cristais de sacarose e por todos os açúcares redutores e não açúcares do xarope original.	a) Sacarose + açúcar invertido (expresso em sacarose)	não inferior a 93,0% em peso
	b) Teor de açúcar invertido	não superior a 7%, em massa
	c) Perda por secagem	não superior a 4,5% , em peso
	d) Cinza sulfatada	não superior a 3,5%, em peso
	e) Cor em solução	não superior a 7000 unidades Icumsa
13. Açúcar Areado Branco O açúcar obtido por cristalização directa de xaropes de açúcar, constituído por cristais de sacarose e por todos os açúcares redutores e não açúcares do xarope original.	a) Sacarose + açúcar invertido (expresso em sacarose)	não inferior a 96,0% em peso
	b) Teor de açúcar invertido	não superior a 4%, em massa
	c) Perda por secagem	não superior a 3,5% , em peso
	d) Cinza condutivimétrica	não superior a 0,4% em peso
	e) Cor em solução	não superior a 500 unidades Icumsa
14. Açúcar Macio O produto constituído por cristais de açúcar húmido, de grão fino, de cor branca a castanho – escura.	a) Sacarose + açúcar invertido (expresso em sacarose)	não inferior a 88,0%, em peso
	b) Teor de açúcar invertido	não superior a 12%, em massa
	c) Perda por secagem	não superior a 4,5%, em peso
	d) Cinza sulfatada	não superior a 3,5%, em peso
15 Açúcar Demerara Açúcar envolvido por uma camada de xarope de açúcar purificado.		
16. Açúcar Mascavado Açúcar de cor amarela a castanha, de cristal médio a grande, obtido directamente a partir dos sucos purificados da cana do açúcar.		

PARTE B

MÉTODO DE DETERMINAÇÃO DO TIPO DE COR, DO TEOR DE CINZA CONDUTIVIMÉTRICA E DA COR DA SOLUÇÃO DO AÇÚCAR (BRANCO) E DO AÇÚCAR BRANCO EXTRA DEFINIDOS NOS PONTOS 2 E 3 DA PARTE A.

Um «ponto» corresponde:

- No que se refere ao tipo de cor, determinado pelo método do Instituto de Tecnologia Agrícola e Indústria Açucareira de Brunswick, descrito na parte A, ponto 2, do anexo ao Regulamento (CEE) n.º 1265/69 da Comissão, de 1 de Julho de 1969, relativo aos métodos de determinação da qualidade aplicáveis ao açúcar comprado pelos organismos de intervenção, a 0,5 unidades;

- b) No que se refere ao teor de cinza, determinado pelo método da Comissão Internacional para a uniformização dos métodos de análise do açúcar (Icumsa), descrito na parte A, ponto 1, do anexo ao Regulamento (CEE) n.º 1265/69, a 0,0018 %;
- c) No que se refere à cor da solução, determinada pelo método da Icumsa descrito na parte A, ponto 3, do anexo ao Regulamento (CEE) n.º 1265/69, a 7,5 unidades.

ANEXO II

ÂMBITO DE APLICAÇÃO DOS MÉTODOS DE ANÁLISE COMUNITÁRIOS RELATIVOS A DETERMINADOS AÇÚCARES DESTINADOS À ALIMENTAÇÃO HUMANA

I. Determinação da perda de massa por dessecação :		
—	no açúcar semibranco	} (Método 1 do Anexo III)
—	no açúcar ou açúcar branco	
—	no açúcar branco extra	
II. Determinação da matéria seca :		
II.1.	— no xarope de glucose	} (Método 2 do Anexo III)
	— no xarope de glucose desidratado	
	— na dextrose monoidratada	
	— na dextrose anidra	
II.2.	— açúcar líquido ou açúcar branco líquido	} (Método 3 do Anexo III)
	— açúcar líquido invertido ou açúcar branco líquido invertido	
	— xarope de açúcar invertido ou xarope de açúcar branco invertido	
III. Doseamento dos açúcares redutores :		
III.1.	— no açúcar semibranco	(Método 4 do Anexo III)
III.2.	— no açúcar ou açúcar branco	} (Método 5 do Anexo III)
	— no açúcar branco extra	
III.3.	— no açúcar líquido	} (Método 6 ou método 7 do Anexo III)
	— no açúcar branco líquido	
	— no açúcar líquido invertido	
	— no açúcar branco líquido invertido	
	— no xarope de açúcar invertido	
	— no xarope de açúcar branco invertido	
III.4	— no xarope de glucose	} (Método 6 ou método 8 do Anexo III)
	— no xarope de glucose desidratada	
	— na dextrose monoidratada	
	— na dextrose anidra	
IV. Determinação da cinza sulfatada :		
	— no xarope de glucose	} (Método 9 do Anexo III)
	— no xarope de glucose desidratado	
	— na dextrose monoidratada	
	— na dextrose anidra	
V. Determinação da polarização :		
	— do açúcar semibranco	} (Método 10 do Anexo III)
	— do açúcar ou açúcar branco	
	— do açúcar branco extra	

ANEXO III

MÉTODOS DE ANÁLISE RELATIVOS AO CONTROLO DA COMPOSIÇÃO DE DETERMINADOS AÇÚCARES DESTINADOS À ALIMENTAÇÃO HUMANA

INTRODUÇÃO

1. Preparação da amostra a analisar

A amostra destinada ao laboratório deve ser cuidadosamente homogeneizada.

Tomar, tendo em vista a análise, uma quantidade de pelo menos 200 g e introduzi-la imediatamente num recipiente seco munido de um fecho estanque.

2. Reagentes e aparelhos

Na descrição da aparelhagem são indicados apenas os instrumentos e aparelhos especiais ou que exijam normas especiais.

Por outro lado, quando se faz referência à água, trata-se sempre de água destilada ou água desmineralizada de pureza pelo menos equivalente.

Todos os reagentes devem ser de qualidade analítica salvo especificações em contrário. Do mesmo modo, quando se faz referência a uma solução de um reagente, sem outra indicação, trata-se de uma solução aquosa.

3. Expressão dos resultados

O resultado referido no boletim de análise é o valor médio obtido a partir de pelo menos duas determinações cuja reprodutibilidade é satisfatória.

Salvo disposições especiais, os resultados são expressos em percentagem (m/m) da amostra original, tal como recebida no laboratório.

O resultado só deve comportar os algarismos significativos do que a precisão do método lhe permita.

METODO 1

DETERMINAÇÃO DA PERDA DE MASSA POR DESSECAÇÃO**1. Objectivo e âmbito de aplicação**

O método permite determinar a perda de massa por :

- do açúcar semibranco,
- do açúcar ou do açúcar branco,
- do açúcar branco extra.

2. Definição

O teor da perda de massa por dessecação é obtido pela aplicação do método a seguir descrito.

3. Princípio

A perda de massa por dessecação é determinada a uma temperatura de 103 ± 2 °C.

4. Aparelhos e utensílios

- 4.1. Balança analítica com precisão de 0,1 mg.
- 4.2. Estufa convenientemente ventilada e que assegure uma regulação de temperatura de 103 ± 2 °C.
- 4.3. Cápsula de metal de fundo plano (não atacável nas condições de ensaio) com um diâmetro pelo menos igual a 100 mm e com uma altura igual a 30 mm.
- 4.4. Exsicador contendo sílica-gel recentemente activada ou outro desidratante equivalente e munido de um indicador de humidade.

5. Técnica

Nota bene :As operações descritas nos pontos 5.3 a 5.7 devem ser efectuadas imediatamente após a abertura dos recipientes que contêm as amostras.

- 5.1. Secar a cápsula (4.3) na estufa (4.2) a 103 ± 2 °C até à massa constante.
- 5.2. Deixar arrefecer a cápsula no exsicador (4.4) (pelo menos 30 a 35 minutos) e pesar com uma precisão de 0,1 mg.

- 5.3. Pesar com uma precisão de 0,1 mg, na cápsula, cerca de 20 a 30 g da amostra.
- 5.4. Colocar a cápsula na estufa (4.2) e mantê-la em seguida durante 3 horas a uma temperatura de 103 ± 2 °C.
- 5.5. Deixar arrefecer a cápsula dentro de um exsiccador (4.4) e pesar com a precisão de 0,1 mg.
- 5.6. Colocar de novo a cápsula na estufa (4.2) a 103 ± 2 °C.
- Deixar arrefecer no exsiccador (4.4) e pesar com a precisão de 0,1 mg. Repetir esta operação no caso do desvio entre as duas pesagens sucessivas ser superior a 1 mg. Na hipótese de um aumento de massa, considerar-se-á para o cálculo o valor mais baixo registado.
- 5.7. O tempo de dessecação total não deve exceder 4 horas.

6. Resultados

6.1. Fórmula e cálculo dos resultados

A perda de massa por dessecação, expressa em percentagem da amostra, é dada pela fórmula seguinte :

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

em que m_0 = massa inicial da toma, em gramas

m_1 = massa da toma em gramas, depois do ensaio na estufa.

6.2. REPETIBILIDADE

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas, efectuadas simultaneamente nas mesmas condições pelo mesmo analista relativas à mesma amostra, não deve ultrapassar 0,02 g por 100 g de amostra.

MÉTODO 2

DETERMINAÇÃO DA MATÉRIA SECA

(por dessecação no vácuo)

1. Objectivo e âmbito de aplicação

O método permite determinar o teor da matéria seca :

- do xarope de glucose
- do xarope de glucose desidratada
- da dextrose monoidratada
- da dextrose anidra.

2. Definição

O teor de matéria seca é obtido pela aplicação do método a seguir descrito.

3. Princípio

A perda de massa por dessecação é determinada pela passagem numa estufa de vácuo a uma pressão que não ultrapasse 3,3 KPa (34 mbar) e à temperatura de 70 ± 1 °C, de uma toma diluída e misturada com terra de diatomáceas no caso do xarope de glucose desidratado.

4. Reagentes

- 4.1. Terra de diatomáceas de qualidade analítica, purificada por sucessivas lavagens com o ácido clorídrico diluído (1 ml de ácido concentrado, massa volúmica = 1,19 g/ml por litro de água) escoada por funil Büchner. Parar o tratamento logo que as águas de lavagem saíam nitidamente ácidas.

Continuar a lavagem com água até que o pH das águas de filtração seja superior a 4. Secar numa estufa regulada a 103 ± 2 °C e conservar o pó branco obtido num recipiente hermeticamente fechado.

5. **Aparelhos e utensílios**

- 5.1. *Estufa de dessecação sob vácuo* munida de regulação automática da temperatura, de um termómetro e de um manómetro para vácuo.

A estufa será concebida de modo a assegurar um transporte rápido do calor às cápsulas colocadas sobre as prateleiras porta-amostras.

- 5.2. *Bateria de dessecação do ar de circulação* composta por uma coluna cheia de sílica gel recentemente activada ou um agente desidratante equivalente e munida de um indicador de humidade. Esta coluna monta-se em série com um borbulhador de gás contendo ácido sulfúrico concentrado. É ligado à entrada de ar da estufa.

- 5.3. *Bomba de vácuo* capaz de manter na estufa uma pressão inferior a 3,3 Kpa (34 mbar).

- 5.4. *Cápsula de metal de fundo plano* (não atacável pelo xarope de glucose ou pela dextrose nas condições do ensaio) com cerca de 100 mm de diâmetro e uma altura de pelo menos 30 mm.

- 5.5. *Vareta de vidro* com um comprimento tal que não possa cair dentro do recipiente.

- 5.6. *Exsicador* com sílica gel recentemente activada ou um desidratante equivalente e munido de um indicador de humidade.

- 5.7. *Balança analítica* de precisão de 0,1 mg.

6. **Técnica**

- 6.1. Deitar cerca de 30 g de terra de diatomáceas (4.1) numa cápsula (5.4) munida de uma vareta de vidro (5.5). Colocar o conjunto na estufa (5.1) a 70 ± 1 °C e reduzir a pressão a 3,3 kPa (34 mbar) ou menos. Secar, pelo menos, durante cinco horas deixando penetrar lentamente uma corrente de ar através da bateria de dessecação. Verificar a pressão periodicamente e corrigi-la, se necessário.

- 6.2. Restabelecer a pressão atmosférica dentro da estufa aumentando cuidadosamente o débito da corrente de ar. Colocar imediatamente a cápsula com a vareta de vidro no exsicador (5.6). Deixar arrefecer e pesar.

- 6.3. Pesar com a precisão de 1 mg, cerca de 10 g do produto a analisar num copo de 100 ml.

- 6.4. Diluir a amostra em 10 ml de água quente e transferir a solução quantitativamente para a cápsula tarada servindo-se da vareta (5.5) e lavando-a três vezes com 5 ml de água quente. Homogeneizar com muito cuidado.

- 6.5. Colocar a cápsula com a toma e a vareta de vidro na estufa e restabelecer uma pressão de 3,3 kPa (34 mbar) ou menos. Durante a dessecação a 70 ± 1 °C deixar circular uma lenta corrente de ar seco. Deixar funcionar durante 20 horas mas conduzir a operação de tal modo que a dessecação esteja já bastante adiantada perto do fim do primeiro dia. Será necessário fazer funcionar a bomba de vácuo, durante a noite, à pressão prevista, deixando penetrar uma lenta corrente de ar seco a fim de manter uma pressão de 3,3 kPa (34 mbar) ou menos.

- 6.6. Restabelecer a pressão atmosférica dentro da estufa aumentando cuidadosamente o débito da corrente de ar seco. Colocar imediatamente a cápsula no exsicador. Deixar arrefecer e pesar.

- 6.7. Prosseguir a operação (6.5) durante mais 4 horas. Restabelecer em seguida a pressão dentro da estufa, colocar imediatamente a cápsula no exsicador. Deixar arrefecer e pesar. Verificar a constância da massa obtida. Esta constância é considerada satisfatória se o desvio entre as duas pesagens da mesma cápsula não exceder 2 mg. Se o desvio ultrapassar este limite, recomençar a operação 6.7.

- 6.8. Para determinar o teor de matéria seca da dextrose monoidratada e da dextrose anidra, seguir a técnica prevista na secção 6, sem utilizar a terra de diatomáceas e a água.

7. **Expressão dos resultados**

- 7.1. *Fórmula e cálculo dos resultados*

A matéria seca expressa em % da massa da amostra a analisar é igual a :

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

em que m_3 = a massa inicial, em gramas, da toma ;

m_1 = a massa, em gramas, da cápsula com a terra de diatomáceas e a vareta de vidro e o resíduo de dessecação da amostra ;

m_2 = a massa, em gramas, da cápsula com a terra de diatomáceas e a vareta.

- 7.2. **Repetibilidade**

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas efectuadas simultaneamente nas mesmas condições, pelo mesmo analista e relativas à mesma amostra, não deve ultrapassar 0,12 g por 100 g da amostra.

MÉTODO 3

DETERMINAÇÃO DA MATÉRIA SECA TOTAL

(Por refractometria)

1. Objectivo e âmbito de aplicação

O método permite determinar a matéria seca :

- do açúcar líquido,
- do açúcar branco líquido,
- do açúcar líquido invertido,
- do açúcar branco líquido invertido,
- do xarope de açúcar invertido,
- do xarope de açúcar branco invertido.

2. Definição

O teor de matéria seca é obtido pela aplicação do método a seguir descrito.

3. Princípio

O índice de refração da amostra é determinado a 20 °C e convertido em matéria seca por meio das tabelas de conversão, que estabelecem a concentração em função do índice de refração.

4. Aparelhos e utensílios

4.1. Refractómetro que permita a leitura do índice de refração com uma precisão à quarta casa decimal, munido de um termómetro e de um dispositivo de circulação de água mantida a 20 ± 0,5 °C.

4.2. Fonte luminosa constituída por uma lâmpada de vapor de sódio.

5. Técnica

5.1. Solubilizar os cristais, se existirem na amostra, efectuando uma diluição 1 :1 (m/m).

5.2. Medir no refractómetro (4.1) o índice de refração da amostra a 20 °C.

6. Expressão dos resultados

6.1. Cálculo dos resultados

A matéria seca é calculada utilizando os índices de refração das soluções de sacarose a 20 °C da tabela junta, corrigida acrescentando 0,022 por cada 1 % de açúcar invertido presente na amostra.

6.2. Quando a amostra tiver sido diluída em água, de acordo com a relação 1 :1 (m/m), a quantidade calculada de matéria seca deve ser multiplicada por 2.

6.3. REPETIBILIDADE

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas, efectuadas simultaneamente nas mesmas condições, pelo mesmo analista relativas à mesma amostra, não deve ultrapassar 0,2 g por 100 g.

TABELAS DE REFERÊNCIA

Índices de refração (n) de soluções de sacarose a 20 graus (1)

n (20 °C)	sacarose (%)								
1,3330	0,009	1,3365	2,436	1,3400	4,821	1,3435	7,164	1,3470	9,466
1,3331	0,078	1,3366	2,505	1,3401	4,888	1,3436	7,230	1,3471	9,531
1,3332	0,149	1,3367	2,574	1,3402	4,956	1,3437	7,296	1,3472	9,596
1,3333	0,218	1,3368	2,642	1,3403	5,023	1,3438	7,362	1,3473	9,661
1,3334	0,288	1,3369	2,711	1,3404	5,091	1,3439	7,429	1,3474	9,726
1,3335	0,358	1,3370	2,779	1,3405	5,158	1,3440	7,495	1,3475	9,791
1,3336	0,428	1,3371	2,848	1,3406	5,225	1,3441	7,561	1,3476	9,856
1,3337	0,498	1,3372	2,917	1,3407	5,293	1,3442	7,627	1,3477	9,921
1,3338	0,567	1,3373	2,985	1,3408	5,360	1,3443	7,693	1,3478	9,986
1,3339	0,637	1,3374	3,053	1,3409	5,427	1,3444	7,759	1,3479	10,051

(1) Os valores destas tabelas são calculados pela equação de K. Rösenhauer da ICUMSA, programados e avaliados por Frank G. Carpenter da USDA e publicados em *Sugar J.* 33, 15 — 22 de Junho de 1970. O índice de refração foi medido na risca D do sódio ; Brix (percentagem de sacarose em massa) foi obtida pesando a 20 graus, a uma pressão atmosférica de 760 torr (mm de Hg) e a 50 % de humidade relativa. Estes valores substituem as tabelas anteriores 47 012, décima primeira edição, publicada no *Intern. Sugar J.* 39, 22 s (1937).

n (20 °C)	sacarose (%)								
1,3340	0,707	1,3375	3,122	1,3410	5,494	1,3445	7,825	1,3480	10,116
1,3341	0,776	1,3376	3,190	1,3411	5,562	1,3446	7,891	1,3481	10,181
1,3342	0,846	1,3377	3,259	1,3412	5,629	1,3447	7,957	1,3482	10,246
1,3343	0,915	1,3378	3,327	1,3413	5,696	1,3448	8,023	1,3483	10,311
1,3344	0,985	1,3379	3,395	1,3414	5,763	1,3449	8,089	1,3484	10,375
1,3345	1,054	1,3380	3,463	1,3415	5,830	1,3450	8,155	1,3485	10,440
1,3346	1,124	1,3381	3,532	1,3416	5,897	1,3451	8,221	1,3486	10,505
1,3347	1,193	1,3382	3,600	1,3417	5,964	1,3452	8,287	1,3487	10,570
1,3348	1,263	1,3383	3,668	1,3418	6,031	1,3453	8,352	1,3488	10,634
1,3349	1,332	1,3384	3,736	1,3419	6,098	1,3454	8,418	1,3489	10,699
1,3350	1,401	1,3385	3,804	1,3420	6,165	1,3455	8,484	1,3490	10,763
1,3351	1,470	1,3386	3,872	1,3421	6,231	1,3456	8,550	1,3491	10,828
1,3352	1,540	1,3387	3,940	1,3422	6,298	1,3457	8,615	1,3492	10,892
1,3353	1,609	1,3388	4,008	1,3423	6,365	1,3458	8,681	1,3493	10,957
1,3354	1,678	1,3389	4,076	1,3424	6,432	1,3459	8,746	1,3494	11,021
1,3355	1,747	1,3390	4,144	1,3425	6,498	1,3460	8,812	1,3495	11,086
1,3356	1,816	1,3391	4,212	1,3426	6,565	1,3461	8,878	1,3496	11,150
1,3357	1,885	1,3392	4,279	1,3427	6,632	1,3462	8,943	1,3497	11,215
1,3358	1,954	1,3393	4,347	1,3428	6,698	1,3463	9,008	1,3498	11,279
1,3359	2,023	1,3394	4,415	1,3429	6,765	1,3464	9,074	1,3499	11,343
1,3360	2,092	1,3395	4,483	1,3430	6,831	1,3465	9,139	1,3500	11,407
1,3361	2,161	1,3396	4,550	1,3431	6,898	1,3466	9,205	1,3501	11,472
1,3362	2,230	1,3397	4,618	1,3432	6,964	1,3467	9,270	1,3502	11,536
1,3363	2,299	1,3398	4,686	1,3433	7,031	1,3468	9,335	1,3503	11,600
1,3364	2,367	1,3399	4,753	1,3434	7,097	1,3469	9,400	1,3504	11,664
1,3505	11,728	1,3560	15,207	1,3615	18,595	1,3670	21,896	1,3725	25,114
1,3506	11,792	1,3561	15,269	1,3616	18,655	1,3671	21,955	1,3726	25,172
1,3507	11,856	1,3562	15,332	1,3617	18,716	1,3672	22,014	1,3727	25,230
1,3508	11,920	1,3563	15,394	1,3618	18,777	1,3672	22,073	1,3728	25,287
1,3509	11,984	1,3564	15,456	1,3619	18,837	1,3674	22,132	1,3729	25,345
1,3510	12,048	1,3565	15,518	1,3620	18,898	1,3675	22,192	1,3730	25,403
1,3511	12,112	1,3566	15,581	1,3621	18,959	1,3676	22,251	1,3731	25,460
1,3512	12,176	1,3567	15,643	1,3622	19,019	1,3677	22,310	1,3732	25,518
1,3513	12,240	1,3568	15,705	1,3623	19,080	1,3678	22,369	1,3733	25,576
1,3514	12,304	1,3569	15,767	1,3624	19,141	1,3679	22,428	1,3734	25,633
1,3515	12,368	1,3570	15,829	1,3625	19,201	1,3680	22,487	1,3735	25,691
1,3516	12,431	1,3571	15,891	1,3626	19,262	1,3681	22,546	1,3736	25,748
1,3517	12,495	1,3572	15,953	1,3627	19,322	1,3682	22,605	1,3737	25,806
1,3518	12,559	1,3573	16,016	1,3628	19,382	1,3683	22,664	1,3738	25,863
1,3519	12,623	1,3574	16,078	1,3629	19,443	1,3684	22,723	1,3739	25,921
1,3520	12,686	1,3575	16,140	1,3630	19,503	1,3685	22,781	1,3740	25,978
1,3521	12,750	1,3576	16,201	1,3631	19,564	1,3686	22,840	1,3741	26,035
1,3522	12,813	1,3577	16,263	1,3632	19,624	1,3687	22,899	1,3742	26,093
1,3523	12,877	1,3578	16,325	1,3633	19,684	1,3688	22,958	1,3743	26,150
1,3524	12,940	1,3579	16,387	1,3634	19,745	1,3689	23,017	1,3744	26,207
1,3525	13,004	1,3580	16,449	1,3635	19,805	1,3690	23,075	1,3745	26,265
1,3526	13,067	1,3581	16,511	1,3636	19,865	1,3691	23,134	1,3746	26,322
1,3527	13,131	1,3582	16,573	1,3637	19,925	1,3692	23,193	1,3747	26,379
1,3528	13,194	1,3583	16,634	1,3638	19,985	1,3693	23,251	1,3748	26,436
1,3529	13,258	1,3584	16,696	1,3639	20,045	1,3694	23,310	1,3749	26,493
1,3530	13,321	1,3585	16,758	1,3640	20,106	1,3695	23,369	1,3750	26,551
1,3531	13,384	1,3586	16,819	1,3641	20,166	1,3696	23,427	1,3751	26,608
1,3532	13,448	1,3587	16,881	1,3642	20,226	1,3697	23,486	1,3752	26,665
1,3533	13,511	1,3588	16,943	1,3643	20,286	1,3698	23,544	1,3753	26,722
1,3534	13,574	1,3589	17,004	1,3644	20,346	1,3699	23,603	1,3754	26,779
1,3535	13,637	1,3590	17,066	1,3645	20,406	1,3700	23,661	1,3755	26,836
1,3536	13,700	1,3591	17,127	1,3646	20,466	1,3701	23,720	1,3756	26,893
1,3537	13,763	1,3592	17,189	1,3647	20,525	1,3702	23,778	1,3757	26,950
1,3538	13,826	1,3593	17,250	1,3648	20,585	1,3703	23,836	1,3758	27,007
1,3539	13,890	1,3594	17,311	1,3649	20,645	1,3704	23,895	1,3759	27,064
1,3540	13,953	1,3595	17,373	1,3650	20,705	1,3705	23,953	1,3760	27,121
1,3541	14,016	1,3596	17,434	1,3651	20,765	1,3706	24,011	1,3761	27,178
1,3542	14,079	1,3597	17,496	1,3652	20,825	1,3707	24,070	1,3762	27,234
1,3543	14,141	1,3598	17,557	1,3653	20,884	1,3708	24,128	1,3763	27,291
1,3544	14,204	1,3599	17,618	1,3654	20,944	1,3709	24,186	1,3764	27,348
1,3545	14,267	1,3600	17,679	1,3655	21,004	1,3710	24,244	1,3765	27,405
1,3546	14,330	1,3601	17,741	1,3656	21,063	1,3711	24,302	1,3766	27,462
1,3547	14,393	1,3602	17,802	1,3657	21,123	1,3712	24,361	1,3767	27,518
1,3548	14,456	1,3603	17,863	1,3658	21,183	1,3713	24,419	1,3768	27,575
1,3549	14,518	1,3604	17,924	1,3659	21,242	1,3714	24,477	1,3769	27,632

n (20 °C)	sacarose (%)								
1,3550	14,581	1,3605	17,985	1,3660	21,302	1,3715	24,535	1,3770	27,688
1,3551	14,644	1,3606	18,046	1,3661	21,361	1,3716	24,593	1,3771	27,745
1,3552	14,707	1,3607	18,107	1,3662	21,421	1,3717	24,651	1,3772	27,802
1,3553	14,769	1,3608	18,168	1,3663	21,480	1,3718	24,709	1,3773	27,858
1,3554	14,832	1,3609	18,229	1,3664	21,540	1,3719	24,767	1,3774	27,915
1,3555	14,894	1,3610	18,290	1,3665	21,599	1,3720	24,825	1,3775	27,971
1,3556	14,957	1,3611	18,351	1,3666	21,658	1,3721	24,883	1,3776	28,028
1,3557	15,019	1,3612	18,412	1,3667	21,718	1,3722	24,941	1,3777	28,084
1,3558	15,082	1,3613	18,473	1,3668	21,777	1,3723	24,998	1,3778	28,141
1,3559	15,144	1,3614	18,534	1,3669	21,836	1,3724	25,056	1,3779	28,197
1,3780	28,253	1,3835	31,317	1,3890	34,310	1,3945	37,233	1,4000	40,091
1,3781	28,310	1,3836	31,372	1,3891	34,363	1,3946	37,286	1,4001	40,142
1,3782	28,366	1,3837	31,428	1,3892	34,417	1,3947	37,338	1,4002	40,194
1,3783	28,422	1,3838	31,482	1,3893	34,471	1,3948	37,381	1,4003	40,245
1,3784	28,479	1,3839	31,537	1,3894	34,524	1,3949	37,443	1,4004	40,296
1,3785	28,535	1,3840	31,592	1,3895	34,578	1,3950	37,495	1,4005	40,348
1,3786	28,591	1,3841	31,647	1,3896	34,632	1,3951	37,548	1,4006	40,399
1,3787	28,648	1,3842	31,702	1,3897	34,685	1,3952	37,600	1,4007	40,450
1,3788	28,704	1,3843	31,757	1,3898	34,739	1,3953	37,653	1,4008	40,501
1,3789	28,760	1,3844	31,812	1,3899	34,793	1,3954	37,705	1,4009	40,553
1,3790	28,816	1,3845	31,867	1,3900	34,846	1,3955	37,757	1,4010	40,604
1,3791	28,872	1,3846	31,922	1,3901	34,900	1,3956	37,810	1,4011	40,655
1,3792	28,928	1,3847	31,976	1,3902	34,953	1,3957	37,862	1,4012	40,706
1,3793	28,984	1,3848	32,031	1,3903	35,007	1,3958	37,914	1,4013	40,757
1,3794	29,040	1,3849	32,086	1,3904	35,060	1,3959	37,967	1,4014	40,808
1,3795	29,096	1,3850	32,140	1,3905	35,114	1,3960	38,019	1,4015	40,860
1,3796	29,152	1,3851	32,195	1,3906	35,167	1,3961	38,071	1,4016	40,911
1,3797	29,208	1,3852	32,250	1,3907	35,220	1,3962	38,123	1,4017	40,962
1,3798	29,264	1,3853	32,304	1,3908	35,274	1,3963	38,175	1,4018	41,013
1,3799	29,320	1,3854	32,359	1,3909	35,327	1,3964	38,228	1,4019	41,064
1,3800	29,376	1,3855	32,414	1,3910	35,380	1,3965	38,280	1,4020	41,115
1,3801	29,432	1,3856	32,468	1,3911	35,434	1,3966	38,332	1,4021	41,166
1,3802	29,488	1,3857	32,523	1,3912	35,487	1,3967	38,384	1,4022	41,217
1,3803	29,544	1,3858	32,577	1,3913	35,540	1,3968	38,436	1,4023	41,268
1,3804	29,600	1,3859	32,632	1,3914	35,593	1,3969	38,488	1,4024	41,318
1,3805	29,655	1,3860	32,686	1,3915	35,647	1,3970	38,540	1,4025	41,369
1,3806	29,711	1,3861	32,741	1,3916	35,700	1,3971	38,592	1,4026	41,420
1,3807	29,767	1,3862	32,795	1,3917	35,753	1,3972	38,644	1,4027	41,471
1,3808	29,823	1,3863	32,849	1,3918	35,806	1,3973	38,696	1,4028	41,522
1,3809	29,878	1,3864	32,904	1,3919	35,859	1,3974	38,748	1,4029	41,573
1,3810	29,934	1,3865	32,958	1,3920	35,912	1,3975	38,800	1,4030	41,623
1,3811	29,989	1,3866	33,013	1,3921	35,966	1,3976	38,852	1,4031	41,674
1,3812	30,045	1,3867	33,067	1,3922	36,019	1,3977	38,904	1,4032	41,725
1,3813	30,101	1,3868	33,121	1,3923	36,072	1,3978	38,955	1,4033	41,776
1,3814	30,156	1,3869	33,175	1,3924	36,125	1,3979	39,007	1,4034	41,826
1,3815	30,212	1,3870	33,230	1,3925	36,178	1,3980	39,059	1,4035	41,877
1,3816	30,267	1,3871	33,284	1,3926	36,231	1,3981	39,111	1,4036	41,928
1,3817	30,323	1,3872	33,338	1,3927	36,284	1,3982	39,163	1,4037	41,978
1,3818	30,378	1,3873	33,392	1,3928	36,337	1,3983	39,214	1,4038	42,029
1,3819	30,434	1,3874	33,446	1,3939	36,389	1,3984	39,266	1,4039	42,080
1,3820	30,489	1,3875	33,500	1,3930	36,442	1,3985	39,318	1,4040	42,130
1,3821	30,544	1,3876	33,555	1,3931	36,495	1,3986	39,370	1,4041	42,181
1,3822	30,600	1,3877	33,609	1,3932	36,548	1,3987	39,421	1,4042	42,231
1,3823	30,655	1,3878	33,663	1,3933	36,601	1,3988	39,473	1,4043	42,282
1,3824	30,711	1,3879	33,717	1,3934	36,654	1,3989	39,525	1,4044	42,332
1,3825	30,766	1,3880	33,771	1,3935	36,706	1,3990	39,576	1,4045	42,383
1,3826	30,821	1,3881	33,825	1,3936	36,759	1,3991	39,628	1,4046	42,433
1,3827	30,876	1,3882	33,879	1,3937	36,812	1,3992	39,679	1,4047	42,484
1,3828	30,932	1,3883	33,933	1,3938	36,865	1,3993	39,731	1,4048	42,534
1,3829	30,987	1,3884	33,987	1,3939	36,917	1,3994	39,782	1,4049	42,585
1,3830	31,042	1,3885	34,040	1,3940	36,970	1,3995	39,834	1,4050	42,635
1,3831	31,097	1,3886	34,094	1,3941	37,023	1,3996	39,885	1,4051	42,685
1,3832	31,152	1,3887	34,148	1,3942	37,075	1,3997	39,937	1,4052	42,736
1,3833	31,207	1,3888	34,202	1,3943	37,128	1,3998	39,988	1,4053	42,786
1,3834	31,262	1,3889	34,256	1,3944	37,180	1,3999	40,040	1,4054	42,836

n (20 °C)	sacarose (%)								
1,4055	42,887	1,4110	45,623	1,4165	48,302	1,4220	50,928	1,4275	53,501
1,4056	42,937	1,4111	45,672	1,4166	48,350	1,4221	50,975	1,4276	53,548
1,4057	42,987	1,4112	45,721	1,4167	48,399	1,4222	51,022	1,4277	53,594
1,4058	43,037	1,4113	45,770	1,4168	48,447	1,4223	51,069	1,4278	53,640
1,4059	43,088	1,4114	45,820	1,4169	48,495	1,4224	51,116	1,4279	53,686
1,4060	43,138	1,4115	45,869	1,4170	48,543	1,4225	51,164	1,4280	53,733
1,4061	43,188	1,4116	45,918	1,4171	48,591	1,4226	51,211	1,4281	53,779
1,4062	43,238	1,4117	45,967	1,4172	48,639	1,4227	51,258	1,4282	53,825
1,4063	43,288	1,4118	46,016	1,4173	48,687	1,4228	51,305	1,4283	53,871
1,4064	43,338	1,4119	46,065	1,4174	48,735	1,4229	51,352	1,4284	53,918
1,4065	43,388	1,4120	46,114	1,4175	48,784	1,4230	51,399	1,4285	53,964
1,4066	43,439	1,4121	46,163	1,4176	48,832	1,4231	51,446	1,4286	54,010
1,4067	43,489	1,4122	46,212	1,4177	48,880	1,4232	51,493	1,4287	54,056
1,4068	43,539	1,4123	46,261	1,4178	48,928	1,4233	51,540	1,4288	54,102
1,4069	43,589	1,4124	46,310	1,4179	48,976	1,4234	51,587	1,4289	54,148
1,4070	43,639	1,4125	46,359	1,4180	49,023	1,4235	51,634	1,4290	54,194
1,4071	43,689	1,4126	46,408	1,4181	49,071	1,4236	51,681	1,4291	54,241
1,4072	43,739	1,4127	46,457	1,4182	49,119	1,4237	51,728	1,4292	54,287
1,4073	43,789	1,4128	46,506	1,4183	49,167	1,4238	51,775	1,4293	54,333
1,4074	43,838	1,4129	46,555	1,4184	49,215	1,4239	51,822	1,4294	54,379
1,4075	43,888	1,4130	46,604	1,4185	49,263	1,4240	51,869	1,4295	54,425
1,4076	43,938	1,4131	46,652	1,4186	49,311	1,4241	51,916	1,4296	54,471
1,4077	43,988	1,4132	46,701	1,4187	49,359	1,4242	51,963	1,4297	54,517
1,4078	44,038	1,4133	46,750	1,4188	49,407	1,4243	52,010	1,4298	54,563
1,4079	44,088	1,4134	46,799	1,4189	49,454	1,4244	52,057	1,4299	54,609
1,4080	44,138	1,4135	46,848	1,4190	49,502	1,4245	52,104	1,4300	54,655
1,4081	44,187	1,4136	46,896	1,4191	49,550	1,4246	52,150	1,4301	54,701
1,4082	44,237	1,4137	46,945	1,4192	49,598	1,4247	52,197	1,4302	54,746
1,4083	44,287	1,4138	46,994	1,4193	49,645	1,4248	52,244	1,4303	54,792
1,4084	44,337	1,4139	47,043	1,4194	49,693	1,4249	52,291	1,4304	54,838
1,4085	44,386	1,4140	47,091	1,4195	49,741	1,4250	52,338	1,4305	54,884
1,4086	44,436	1,4141	47,140	1,4196	49,788	1,4251	52,384	1,4306	54,930
1,4087	44,486	1,4142	47,188	1,4197	49,836	1,4252	52,431	1,4307	54,976
1,4088	44,535	1,4143	47,237	1,4198	49,884	1,4253	52,478	1,4308	55,022
1,4089	44,585	1,4144	47,286	1,4199	49,931	1,4254	52,524	1,4309	55,067
1,4090	44,635	1,4145	47,334	1,4200	49,979	1,4255	52,571	1,4310	55,113
1,4091	44,684	1,4146	47,383	1,4201	50,027	1,4256	52,618	1,4311	55,159
1,4092	44,734	1,4147	47,431	1,4202	50,074	1,4257	52,664	1,4312	55,205
1,4093	44,783	1,4148	47,480	1,4203	50,122	1,4258	52,711	1,4313	55,250
1,4094	44,833	1,4149	47,528	1,4204	50,169	1,4259	52,758	1,4314	55,296
1,4095	44,882	1,4150	47,577	1,4205	50,217	1,4260	52,804	1,4315	55,342
1,4096	44,932	1,4151	47,625	1,4206	50,264	1,4261	52,851	1,4316	55,388
1,4097	44,981	1,4152	47,674	1,4207	50,312	1,4262	52,897	1,4317	55,433
1,4098	45,031	1,4153	47,722	1,4208	50,359	1,4263	52,944	1,4318	55,479
1,4099	45,080	1,4154	47,771	1,4209	50,407	1,4264	52,990	1,4319	55,524
1,4100	45,130	1,4155	47,819	1,4210	50,454	1,4265	53,037	1,4320	55,570
1,4101	45,179	1,4156	47,868	1,4211	50,502	1,4266	53,083	1,4321	55,616
1,4102	45,228	1,4157	47,916	1,4212	50,549	1,4267	53,130	1,4322	55,661
1,4103	45,278	1,4158	47,964	1,4213	50,596	1,4268	53,176	1,4323	55,707
1,4104	45,327	1,4159	48,013	1,4214	50,644	1,4269	53,223	1,4324	55,752
1,4105	45,376	1,4160	48,061	1,4215	50,691	1,4270	53,269	1,4325	55,798
1,4106	45,426	1,4161	48,109	1,4216	50,738	1,4271	53,316	1,4326	55,844
1,4107	45,475	1,4162	48,158	1,4217	50,786	1,4272	53,362	1,4327	55,889
1,4108	45,524	1,4163	48,206	1,4218	50,833	1,4273	53,408	1,4328	55,935
1,4109	45,574	1,4164	48,254	1,4219	50,880	1,4274	53,455	1,4329	55,980
1,4330	56,026	1,4385	58,503	1,4440	60,935	1,4495	63,324	1,4550	65,672
1,4331	56,071	1,4386	58,547	1,4441	60,979	1,4496	63,367	1,4551	65,714
1,4332	56,116	1,4387	58,592	1,4442	61,023	1,4497	63,410	1,4552	65,756
1,4333	56,162	1,4388	58,637	1,4443	61,066	1,4498	63,453	1,4553	65,798
1,4334	56,207	1,4389	58,681	1,4444	61,110	1,4499	63,496	1,4554	65,841
1,4335	56,253	1,4390	58,726	1,4445	61,154	1,4500	63,539	1,4555	65,883
1,4336	56,298	1,4391	58,770	1,4446	61,198	1,4501	63,582	1,4556	65,925
1,4337	56,343	1,4392	58,815	1,4447	61,241	1,4502	63,625	1,4557	65,967
1,4338	56,389	1,4393	58,859	1,4448	61,285	1,4503	63,668	1,4558	66,010
1,4339	56,434	1,4394	58,904	1,4449	61,329	1,4504	63,711	1,4559	66,052

n (20 °C)	sacarose (%)								
1,4340	56,479	1,4395	58,948	1,4450	61,372	1,4505	63,754	1,4560	66,094
1,4341	56,525	1,4396	58,993	1,4451	61,416	1,4506	63,797	1,4561	66,136
1,4342	56,570	1,4397	59,037	1,4452	61,460	1,4507	63,840	1,4562	66,178
1,4343	56,615	1,4398	59,082	1,4453	61,503	1,4508	63,882	1,4563	66,221
1,4344	56,660	1,4399	59,126	1,4454	61,547	1,4509	63,925	1,4564	66,263
1,4345	56,706	1,4400	59,170	1,4455	61,591	1,4510	63,968	1,4565	66,305
1,4346	56,751	1,4401	59,215	1,4456	61,634	1,4511	64,011	1,4566	66,347
1,4347	56,796	1,4402	59,259	1,4457	61,678	1,4512	64,054	1,4567	66,389
1,4348	56,841	1,4403	59,304	1,4458	61,721	1,4513	64,097	1,4568	66,431
1,4349	56,887	1,4404	59,348	1,4459	61,765	1,4514	64,139	1,4569	66,473
1,4350	56,932	1,4405	59,392	1,4460	61,809	1,4515	64,182	1,4570	66,515
1,4351	56,977	1,4406	59,437	1,4461	61,852	1,4516	64,225	1,4571	66,557
1,4352	57,022	1,4407	59,481	1,4462	61,896	1,4517	64,268	1,4572	66,599
1,4353	57,067	1,4408	59,525	1,4463	61,939	1,4518	64,311	1,4573	66,641
1,4354	57,112	1,4409	59,569	1,4464	61,983	1,4519	64,353	1,4574	66,683
1,4355	57,157	1,4410	59,614	1,4465	62,026	1,4520	64,396	1,4575	66,725
1,4356	57,202	1,4411	59,658	1,4466	62,070	1,4521	64,439	1,4576	66,767
1,4357	57,247	1,4412	59,702	1,4467	62,113	1,4522	64,481	1,4577	66,809
1,4358	57,292	1,4413	59,746	1,4468	62,156	1,4523	64,524	1,4578	66,851
1,4359	57,337	1,4414	59,791	1,4469	62,200	1,4524	64,567	1,4579	66,893
1,4360	57,382	1,4415	59,835	1,4470	62,243	1,4525	64,609	1,4580	66,935
1,4361	57,427	1,4416	59,879	1,4471	62,287	1,4526	64,652	1,4581	66,977
1,4362	57,472	1,4417	59,923	1,4472	62,330	1,4527	64,695	1,4582	67,019
1,4363	57,517	1,4418	59,967	1,4473	62,373	1,4528	64,737	1,4583	67,061
1,4364	57,562	1,4419	60,011	1,4474	62,417	1,4529	64,780	1,4584	67,103
1,4365	57,607	1,4420	60,056	1,4475	62,460	1,4530	64,823	1,4585	67,145
1,4366	57,652	1,4421	60,100	1,4476	62,503	1,4531	64,865	1,4586	67,186
1,4367	57,697	1,4422	60,144	1,4477	62,547	1,4532	64,908	1,4587	67,228
1,4368	57,742	1,4423	60,188	1,4478	62,590	1,4533	64,950	1,4588	67,270
1,4369	57,787	1,4424	60,232	1,4479	62,633	1,4534	64,993	1,4589	67,312
1,4370	57,832	1,4425	60,276	1,4480	62,677	1,4535	65,035	1,4590	67,354
1,4371	57,877	1,4426	60,320	1,4481	62,720	1,4536	65,078	1,4591	67,396
1,4372	57,921	1,4427	60,364	1,4482	62,763	1,4537	65,120	1,4592	67,437
1,4373	57,966	1,4428	60,408	1,4483	62,806	1,4538	65,163	1,4593	67,479
1,4374	58,011	1,4429	60,452	1,4484	62,849	1,4539	65,205	1,4594	67,521
1,4375	58,056	1,4430	60,496	1,4485	62,893	1,4540	65,248	1,4595	67,563
1,4376	58,101	1,4431	60,540	1,4486	62,936	1,4541	65,290	1,4596	67,604
1,4377	58,145	1,4432	60,584	1,4487	62,979	1,4542	65,333	1,4597	67,646
1,4378	58,190	1,4433	60,628	1,4488	63,022	1,4543	65,375	1,4598	67,688
1,4379	58,235	1,4434	60,672	1,4489	63,065	1,4544	65,417	1,4599	67,729
1,4380	58,279	1,4435	60,716	1,4490	63,108	1,4545	65,460	1,4600	67,771
1,4381	58,324	1,4436	60,759	1,4491	63,152	1,4546	65,502	1,4601	67,813
1,4382	58,369	1,4437	60,803	1,4492	63,195	1,4547	65,544	1,4602	67,854
1,4383	58,413	1,4438	60,847	1,4493	63,238	1,4548	65,587	1,4603	67,896
1,4384	58,458	1,4439	60,891	1,4494	63,281	1,4549	65,629	1,4604	67,938
1,4605	67,979	1,4660	70,249	1,4715	72,482	1,4770	74,678	1,4825	76,841
1,4606	68,021	1,4661	70,290	1,4716	72,522	1,4771	74,718	1,4826	76,880
1,4607	68,063	1,4662	70,331	1,4717	72,562	1,4772	74,758	1,4827	76,919
1,4608	68,104	1,4663	70,372	1,4718	72,602	1,4773	74,797	1,4828	76,958
1,4609	68,146	1,4664	70,413	1,4719	72,643	1,4774	74,837	1,4829	76,997
1,4610	68,187	1,4665	70,453	1,4720	72,683	1,4775	74,876	1,4830	77,036
1,4611	68,229	1,4666	70,494	1,4721	72,723	1,4776	74,916	1,4831	77,075
1,4612	68,270	1,4667	70,535	1,4722	72,763	1,4777	74,956	1,4832	77,113
1,4613	68,312	1,4668	70,576	1,4723	72,803	1,4778	74,995	1,4833	77,152
1,4614	68,353	1,4669	70,617	1,4724	72,843	1,4779	75,035	1,4834	77,191
1,4615	68,395	1,4670	70,658	1,4725	72,884	1,4780	75,074	1,4835	77,230
1,4616	68,436	1,4671	70,698	1,4726	72,924	1,4781	75,114	1,4836	77,269
1,4617	68,478	1,4672	70,739	1,4727	72,964	1,4782	75,153	1,4837	77,308
1,4618	68,519	1,4673	70,780	1,4728	73,004	1,4783	75,193	1,4838	77,347
1,4619	68,561	1,4674	70,821	1,4729	73,044	1,4784	75,232	1,4839	77,386
1,4620	68,602	1,4675	70,861	1,4730	73,084	1,4785	75,272	1,4840	77,425
1,4621	68,643	1,4676	70,902	1,4731	73,124	1,4786	75,311	1,4841	77,463
1,4622	68,685	1,4677	70,943	1,4732	73,164	1,4787	75,350	1,4842	77,502
1,4623	68,726	1,4678	70,984	1,4733	73,204	1,4788	75,390	1,4843	77,541
1,4624	68,768	1,4679	71,024	1,4734	73,244	1,4789	75,429	1,4844	77,580

n (20 °C)	sacarose (%)								
1,4625	68,809	1,4680	71,065	1,4735	73,285	1,4790	75,469	1,4845	77,619
1,4626	68,850	1,4681	71,106	1,4736	73,325	1,4791	75,508	1,4846	77,657
1,4627	68,892	1,4682	71,146	1,4737	73,365	1,4792	75,547	1,4847	77,696
1,4628	68,933	1,4683	71,187	1,4738	73,405	1,4793	75,587	1,4848	77,735
1,4629	68,974	1,4684	71,228	1,4739	73,445	1,4794	75,626	1,4849	77,774
1,4630	69,016	1,4685	71,268	1,4740	73,485	1,4795	75,666	1,4850	77,812
1,4631	69,057	1,4686	71,309	1,4741	73,524	1,4796	75,705	1,4851	77,851
1,4632	69,098	1,4687	71,349	1,4742	73,564	1,4797	75,744	1,4852	77,890
1,4633	69,139	1,4688	71,390	1,4743	73,604	1,4798	75,784	1,4853	77,928
1,4634	69,181	1,4689	71,431	1,4744	73,644	1,4799	75,823	1,4854	77,967
1,4635	69,222	1,4690	71,471	1,4745	73,684	1,4800	75,862	1,4855	78,006
1,4636	69,263	1,4691	71,512	1,4746	73,724	1,4801	75,901	1,4856	78,045
1,4637	69,304	1,4692	71,552	1,4747	73,764	1,4802	75,941	1,4857	78,083
1,4638	69,346	1,4693	71,593	1,4748	73,804	1,4803	75,980	1,4858	78,122
1,4639	69,387	1,4694	71,633	1,4749	73,844	1,4804	76,019	1,4859	78,160
1,4640	69,428	1,4695	71,674	1,4750	73,884	1,4805	76,058	1,4860	78,199
1,4641	69,469	1,4696	71,714	1,4751	73,924	1,4806	76,098	1,4861	78,238
1,4642	69,510	1,4697	71,755	1,4752	73,963	1,4807	76,137	1,4862	78,276
1,4643	69,551	1,4698	71,795	1,4753	74,003	1,4808	76,176	1,4863	78,315
1,4644	69,593	1,4699	71,836	1,4754	74,043	1,4809	76,215	1,4864	78,353
1,4645	69,634	1,4700	71,876	1,4755	74,083	1,4810	76,254	1,4865	78,392
1,4646	69,675	1,4701	71,917	1,4756	74,123	1,4811	76,294	1,4866	78,431
1,4647	69,716	1,4702	71,957	1,4757	74,162	1,4812	76,333	1,4867	78,469
1,4648	69,757	1,4703	71,998	1,4758	74,202	1,4813	76,372	1,4868	78,508
1,4649	69,798	1,4704	72,038	1,4759	74,242	1,4814	76,411	1,4869	78,546
1,4650	69,839	1,4705	72,078	1,4760	74,282	1,4815	76,450	1,4870	78,585
1,4651	69,880	1,4706	72,119	1,4761	74,321	1,4816	76,489	1,4871	78,623
1,4652	69,921	1,4707	72,159	1,4762	74,361	1,4817	76,528	1,4872	78,662
1,4653	69,962	1,4708	72,199	1,4763	74,401	1,4818	76,567	1,4873	78,700
1,4654	70,003	1,4709	72,240	1,4764	74,441	1,4819	76,607	1,4874	78,739
1,4655	70,044	1,4710	72,280	1,4765	74,480	1,4820	76,646	1,4875	78,777
1,4656	70,085	1,4711	73,320	1,4766	74,520	1,4821	76,685	1,4876	78,816
1,4657	70,126	1,4712	72,361	1,4767	74,560	1,4822	76,724	1,4877	78,854
1,4658	70,167	1,4713	72,401	1,4768	74,599	1,4823	76,763	1,4878	78,892
1,4659	70,208	1,4714	72,441	1,4769	74,639	1,4824	76,802	1,4879	78,931
1,4880	78,969	1,4920	80,497	1,4960	82,007	1,5000	83,500	1,5040	84,976
1,4881	79,008	1,4921	80,534	1,4961	82,044	1,5001	83,537	1,5041	85,013
1,4882	79,046	1,4922	80,572	1,4962	82,082	1,5002	83,574	1,5042	85,049
1,4883	79,084	1,4923	80,610	1,4963	82,119	1,5003	83,611	1,5043	85,086
1,4884	79,123	1,4924	80,648	1,4964	82,157	1,5004	83,648	1,5044	85,123
1,4885	79,161	1,4925	80,686	1,4965	82,194	1,5005	83,685	1,5045	85,159
1,4886	79,199	1,4926	80,724	1,4966	82,232	1,5006	83,722	1,5046	85,196
1,4887	79,238	1,4927	80,762	1,4967	82,269	1,5007	83,759	1,5047	85,233
1,4888	79,276	1,4928	80,800	1,4968	82,307	1,5008	83,796	1,5048	85,269
1,4889	79,314	1,4929	80,838	1,4969	82,344	1,5009	83,833	1,5049	85,306
1,4890	79,353	1,4930	80,876	1,4970	82,381	1,5010	83,870	1,5050	85,343
1,4891	79,391	1,4931	80,913	1,4971	82,419	1,5011	83,907	1,5051	85,379
1,4892	79,429	1,4932	80,951	1,4972	82,456	1,5012	83,944	1,5052	85,416
1,4893	79,468	1,4933	80,989	1,4973	82,494	1,5013	83,981	1,5053	85,452
1,4894	79,506	1,4934	81,027	1,4974	82,531	1,5014	84,018	1,5054	85,489
1,4895	79,544	1,4935	81,065	1,4975	82,569	1,5015	84,055	1,5055	85,525
1,4896	79,582	1,4936	81,103	1,4976	82,606	1,5016	84,092	1,5056	85,562
1,4897	79,620	1,4937	81,140	1,4977	82,643	1,5017	84,129	1,5057	85,598
1,4898	79,659	1,4938	81,178	1,4978	82,681	1,5018	84,166	1,5058	85,635
1,4899	79,697	1,4939	81,216	1,4979	82,718	1,5019	84,203	1,5059	85,672
1,4900	79,735	1,4940	81,254	1,4980	82,755	1,5020	84,240	1,5060	85,708
1,4901	79,773	1,4941	81,291	1,4981	82,793	1,5021	84,277	1,5061	85,744
1,4902	79,811	1,4942	81,329	1,4982	82,830	1,5022	84,314	1,5062	85,781
1,4903	79,850	1,4943	81,367	1,4983	82,867	1,5023	84,351	1,5063	85,817
1,4904	79,888	1,4944	81,405	1,4984	82,905	1,5024	84,388	1,5064	85,854
1,4905	79,926	1,4945	81,442	1,4985	82,942	1,5025	84,424	1,5065	85,890
1,4906	79,964	1,4946	81,480	1,4986	82,979	1,5026	84,461	1,5066	85,927
1,4907	80,002	1,4947	81,518	1,4987	83,016	1,5027	84,498	1,5067	85,963
1,4908	80,040	1,4948	81,555	1,4988	83,054	1,5028	84,535	1,5068	86,000
1,4909	80,078	1,4949	81,593	1,4989	83,091	1,5029	84,572	1,5069	86,036

n (20 °C)	sacarose (%)								
1,4910	80,116	1,4950	81,631	1,4990	83,128	1,5030	84,609	1,5070	86,072
1,4911	80,154	1,4951	81,668	1,4991	83,165	1,5031	84,645	1,5071	86,109
1,4912	80,192	1,4952	81,706	1,4992	83,202	1,5032	84,682	1,5072	86,145
1,4913	80,231	1,4953	81,744	1,4993	83,240	1,5033	84,719	1,5073	86,182
1,4914	80,269	1,4954	81,781	1,4994	83,277	1,5034	84,756	1,5074	86,218
1,4915	80,307	1,4955	81,819	1,4995	83,314	1,5035	84,792	1,5075	86,254
1,4916	80,345	1,4956	81,856	1,4996	83,351	1,5036	84,829	1,5076	86,291
1,4917	80,383	1,4957	81,894	1,4997	83,388	1,5037	84,866	1,5077	86,327
1,4918	80,421	1,4958	81,932	1,4998	83,425	1,5038	84,903	1,5078	86,363
1,4919	80,459	1,4959	81,969	1,4999	83,463	1,5039	84,939	1,5079	86,399

MÉTODO 4

DOSEAMENTO DOS AÇÚCARES REDUTORES, EXPRESSOS EM AÇÚCARES INVERTIDOS

(Método do Instituto de Berlim)

1. Objectivo e âmbito de aplicação

O método permite determinar o teor de açúcares redutores, expresso em açúcares invertidos no açúcar semibranco.

2. Definição

Os açúcares redutores expressos em açúcares invertidos são determinados pelo método a seguir descrito.

3. Princípio

Redução de uma solução de cobre (II) por meio de uma solução de açúcares redutores. O óxido de cobre (I) formado é oxidado por uma solução de iodo em que se determina o excesso por titulação de retorno com uma solução titulada de tiosulfato de sódio.

4. Reagentes

4.1. Solução de cobre II (solução de Müller)

4.1.1. Dissolver 35 g de sulfato de cobre (II) pentaidratado ($\text{Cu SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) em 400 ml de água a ferver. Arrefecer.

4.1.2. Dissolver 173 g de tartarato duplo de sódio e de potássio tetraidratado (sal de Rochelle ou sal de Seignette : $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) e 68 g de carbonato de sódio anidro em 500 ml de água a ferver. Arrefecer.

4.1.3. Misturar as duas soluções (4.1.1 e 4.1.2) num balão aferido de 1 l e perfazer 1 000 ml com água. Juntar 2 g de carvão activado, agitar, deixar em repouso durante várias horas e filtrar por papel de filtro duro ou por membrana filtrante. Se durante a conservação aparecerem pequenas quantidades de óxido de cobre (I) é necessário nova filtração.

4.2. Solução de ácido acético 5 mol/l.

4.3. Solução de iodo 0,01665 mol/l.

4.4. Solução de tiosulfato de sódio 0,0333 mol/l.

4.5. Solução de amido : juntar uma mistura de 5 g de amido solúvel em 30 ml de água a 1 l de água a ferver. Ferver durante três minutos, deixar arrefecer, juntar eventualmente 10 mg de iodeto de mercúrio (II) como agente conservante.

5. Aparelhagem

5.1. Frasco cónico de 300 ml ; pipetas e buretas de precisão

5.2. Banho de água a ferver.

6. Técnica

6.1. Tomar num frasco cónico de 300 ml uma quantidade da amostra (10 g pelo menos) que não contenha mais de 30 mg de açúcar invertido e dissolvê-la em cerca de 100 ml de água.

Juntar 10 ml de solução de cobre (II) (4.1) por meio de uma pipeta. Agitar e colocar o frasco num banho de água a ferver e mantê-lo durante exactamente 10 minutos. O nível da solução no frasco cónico deve estar pelo menos 20 mm abaixo do nível da água do banho. Arrefecer rapidamente, numa corrente de água fria. Durante esta operação, não, não agitar a solução para evitar que o oxigénio do ar reponha em solução uma parte do precipitado de óxido de cobre (I).

Juntar à solução arrefecida 5 ml de ácido acético 5 mol/l (4.2) sem agitar e imediatamente depois, com uma bureta, juntar um excesso (entre 20 e 40 ml) de solução de iodo 0,01665 mol/l (5.3).

- Agitar para dissolver o precipitado de cobre. Triturar o iodo em excesso por meio da solução de tiosulfato de sódio 0,0333 mol/l (4.4) na presença da solução de amido (4.5) adicionada no final da titulação.
- 6.2. Proceder previamente a um ensaio em branco com água. Determinar esta correcção para cada preparação de solução de cobre (II) (4.1). Este valor não deve exceder 0,1.
- 6.3. Proceder a um ensaio a frio com a solução açucarada, deixando-a repousar à temperatura ambiente durante 10 minutos para tomar em conta redutores eventualmente presentes tais como o dióxido de enxofre.
7. **Expressão dos resultados**
- 7.1. **Fórmula e cálculo dos resultados**
- Volume da solução de iodo utilizada : número de ml da solução de iodo 0,01665 mol/l adicionado em excesso menos o número de ml da solução de tiosulfato de sódio 0,0333 mol/l utilizado na titulação.
- Subtrair ao volume da solução de iodo 0,01665 mol/l utilizada :
- 7.1.1. O número de em ml utilizado no ensaio em branco efectuado previamente com água (6.2) ;
- 7.1.2. O número de ml utilizado no ensaio a frio com a solução açucarada (6.3) ;
- 7.1.3. 2 ml para ter em conta a acção redutora de 10 g de sacarose ou uma quantidade proporcional se a toma for inferior a 10 g (correcção para a sacarose).
- Efectuadas estas correcções, 1 ml da solução de iodo consumido corresponde a 1 mg de açúcar invertido.
- O teor de açúcar invertido em percentagem da amostra é dado pela fórmula seguinte :
- $$\frac{V_1}{10 \times m_n}$$
- em que V_1 = número de ml da solução de iodo 0,01665 mol/l (4.3) após correcção,
- m_n = massa, em gramas, da toma.
- 7.2. **REPETIBILIDADE**
- A diferença entre os resultados de duas determinações, efectuadas simultaneamente nas mesmas condições pelo mesmo analista relativas à mesma amostra, não deve ultrapassar 0,02 g por 100 g da amostra.

MÉTODO 5

DETERMINAÇÃO DOS AÇÚCARES REDUTORES— EXPRESSOS EM AÇÚCAR INVERTIDO

(Método de Knight e Allen)

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**
- O método permite determinar um teor de açúcar invertido no :
- açúcar ou açúcar branco,
 - açúcar branco extra.
2. **Definição**
- Os açúcares redutores, expressos em açúcar invertido, são determinados pelo método a seguir descrito.
3. **Princípio**
- Um reagente de cobre (II) é adicionado em excesso à solução a analisar, sendo seguidamente reduzido ; a quantidade não reduzida é titulada por retorno com uma solução de EDTA.
4. **Reagentes**
- 4.1. *Solução de ácido etilenodiaminatetracético* (sal dissódico) (EDTA), 0,0025 mol/l : dissolver em água 0,930 g de EDTA e perfazer 1 000 ml com água.
- 4.2. *Solução de indicador de murexida* : Juntar 0,25 g de murexida a 50 ml de água e misturar com 20 ml de uma solução aquosa de azul de metileno a 0,2 g/100 ml.
- 4.3. *Reagente alcalino de cobre* :dissolver 25 g de carbonato de sódio anidro e 25 g de tartarato duplo de sódio e potássio tetraidratado em cerca de 600 ml de água contendo 40 ml de hidróxido de

sódio 1 mol/l. Dissolver 6 g de sulfato de cobre (II) pentaidratados em cerca de 100 ml de água e juntar à solução de tartarato. Perfazer a 1 000 ml com água.

Nota bene

A solução tem uma duração de conservação limitada (uma semana).

- 4.4. *Solução padrão de açúcar invertido* : Num balão aferido de 250 ml, dissolver 23,75 g de sacarose pura (4.5) em cerca de 120 ml de água. Juntar 9 ml de ácido clorídrico ($\Sigma = 1,16$) e deixar em repouso à temperatura ambiente durante oito dias. Perfazer a solução até 250 ml e verificar a hidrólise por leitura no sacarímetro num tubo de 200 mm. Dever-se-á obter $-11,80 \pm 0,05^\circ\text{S}$ (ver ponto 8). Com a ajuda de uma pipeta, transferir 200 ml desta solução para um balão aferido de 2 000 ml. Diluir com a água agitando sempre (para evitar uma alcalinidade local excessiva), juntar 71,4 ml de hidróxido de sódio 1 mol/l contendo 4 g de ácido benzóico (ver ponto 8).

Perfazer 2 000 ml para obter uma solução a 1 g/100 ml de açúcar invertido.

A solução deve apresentar um pH próximo de 3. Esta solução concentrada, estável, deve ser diluída imediatamente antes de ser utilizada.

- 4.5. *Sacarose pura* : amostra de sacarose pura com um teor em açúcar invertido inferior a 0,001 g/100 g.

5. **Aparelhos e utensílios**

- 5.1. Tubo de ensaio de 150 x 20 mm,
5.2. Cápsula de porcelana branca.
5.3. Balança analítica com uma precisão de 0,1 mg.

6. **Técnica**

- 6.1. Dissolver no tubo de ensaio (5.1) 5 g de açúcar a analisar em 5 ml de água. Juntar 2 ml do reagente de cobre (4.3) e misturar. Mergulhar o tubo num banho de água a ferver durante cinco minutos, arrefecer seguidamente em água fria.

- 6.2. Transferir quantitativamente para uma cápsula de evaporação (5.2), lavando o tubo de ensaio com alguns ml de água. Juntar 3 gotas do indicador (4.2) e titular com o auxílio de uma solução de EDTA (4.1). V_0 é o volume em ml de EDTA utilizado na titulação.

A solução verde para cinzento antes do ponto final e a púrpura no ponto final. A cor púrpura desaparece lentamente devido à oxidação do óxido de cobre (I) em óxido de cobre (II), a uma velocidade que depende da concentração do cobre reduzido presente. O ponto final da titulação deve pois ser atingido rapidamente.

- 6.3. Traçar uma curva referência por adição de quantidades conhecidas de açúcar invertido (solução 4.4 diluída convenientemente) a 5 g de sacarose (4.5) e juntar água suficientemente fria de modo a que sejam adicionados 5 ml de água.

Representar os valores de titulação (em ml) em função da percentagem de açúcar invertido adicionado aos 5 g de sacarose : a curva resultante apresenta uma relação linear corresponde a 0,001 — 0,019 g de açúcar invertido, por 100 g de amostra.

7. **Expressão dos resultados**

- 7.1. *Cálculo dos resultados*

Indicar na curva de referência a percentagem de açúcar invertido que corresponde ao valor de V_0 ml de EDTA determinado na análise da amostra.

- 7.2. Para concentrações de açúcar invertido superiores a 0,017 g/100 na amostra a analisar, a dimensão da amostra colhida para aplicação da técnica (5.1) deve ser reduzida de modo adequado ; perfazer, contudo, 5 g da amostra a analisar com sacarose pura (4.5).

7.3. **REPETIBILIDADE**

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas, efectuadas simultaneamente nas mesmas condições pelo mesmo analista, relativas à mesma amostra, não deve ultrapassar 0,005 g para 100 g de amostra.

8. **Observações**

Para a transformação em graus polarimétricos, dividir por 2,889 (tubo de precisão de 200 mm ; fonte luminosa constituída por uma lâmpada de vapor de sódio ; temperatura do local onde se encontra o aparelho, próxima de 20 °C).

MÉTODO 6

DOSEAMENTO DOS AÇÚCARES REDUTORES EXPRESSOS EM AÇÚCAR INVERTIDO OU EM D-GLUCOSE

(Método Luff-Schoorl)

1. Objectivo e âmbito de aplicação

O método permite dosear :

1.1. O teor de açúcares redutores (expressos em açúcar invertido) no :

- açúcar líquido,
- açúcar branco líquido,
- açúcar líquido invertido,
- açúcar branco líquido invertido,
- xarope de açúcar invertido,
- xarope de açúcar branco invertido.

1.2. A D-glucose que, em relação à matéria seca, representa o equivalente em dextrose no :

- xarope de glucose,
- xarope de glucose desidratado.

1.3. A dextrose (D-glucose) na :

- dextrose monoidratada ;
- dextrose anidra.

2. Definição

Açúcares redutores expressos em açúcar invertido, D-glucose ou equivalente em dextrose : teor de açúcares redutores expresso em açúcar invertido, D-glucose ou equivalente em dextrose, e determinado pelo método a seguir descrito.

3. Princípio

Os açúcares redutores da amostra (clarificada, se necessário) são aquecidos à ebulição em condições normalizadas, na presença de uma solução de cobre (II), que é parcialmente reduzida a cobre (I). O excesso de cobre (II) é doseado por iodometria.

4. Reagentes**4.1. Solução de Carrez I**

Dissolver em água 21,95 g de acetato de zinco diidratado $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ou 24 g de acetato de zinco triidratado $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ e 3 ml de ácido acético glacial. Perfazer a 100 ml com água.

4.2. Solução de Carrez II

Dissolver em água 10,6 g de hexacianoferrato II de potássio triidratado, $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$. Perfazer a 100 ml com água.

4.3. Reagente segundo Luff-Schoorl

Preparar os seguintes soluções :

4.3.1. Solução de sulfato de cobre (II) : dissolver 25 g de sulfato de cobre (II) pentaidratado, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, isento de ferro, em 100 ml de água ;**4.3.2. Solução de ácido cítrico :** dissolver 50 g de ácido cítrico monoidratado, $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ em 50 ml de água ;**4.3.3. Solução de carbonato de sódio :** num balão aferido de 1 l dissolver 143,8 g de carbonato de sódio anidro em cerca de 300 ml de água quente. Deixar arrefecer.**4.3.4. Deitar, agitando cuidadosamente, a solução de ácido cítrico (4.3.2) na solução de carbonato de sódio (4.3.3). Agitar até ao desaparecimento do desprendimento gasoso. Juntar em seguida a solução de sulfato de cobre (II) (4.3.1) e perfazer a 1 000 ml com água. Deixar em repouso durante uma noite e filtrar, se necessário. Determinar a molaridade do reagente assim obtido de acordo com o ponto 6.1 (Cu 0,1 mol/l ; Na_2CO_3 1 mol/l).****4.4. Solução de tiosulfato de sódio 0,1 mol/l.****4.5. Solução de amido :** Juntar uma mistura de 5 g de amido solúvel em 30 ml de água a 1 l de água a ferver. Ferver durante 3 minutos, deixar arrefecer, juntar eventualmente 10 mg de iodeto de mercúrio (II) como agente conservante.**4.6. Ácido sulfúrico 3 mol/l.****4.7. Solução a 30 % (m/v) de iodeto de potássio.****4.8. Granulados de pedra-pomes fervidos em ácido clorídrico, lavados com água até ao desaparecimento da acidez e secos.**

- 4.9. Isopentanol.
- 4.10. Hidróxido de sódio 0,1 mol/l.
- 4.11. Acido clorídrico 0, mol/l.
- 4.12. Solução a 1 % (m/v) de fenoltaleína em etanol.
5. **Aparelhos e utensílios**
- 5.1. Frasco cónico de 300 ml munido de um condensador de refluxo.
- 5.2. Cronómetro.
6. **Técnica**
- 6.1. *Controlo do reagente de Luff-Schoorl (4.3)*
- 6.1.1. Juntar a 25 ml do reagente de Luff-Schoorl (4.3), 3 g de iodeto de potássio e 25 ml de ácido sulfúrico 3 mol/l (4.6). Titular com tiosulfato de sódio 0,1 mol/l (4.4) na presença da solução de amido (4.5) que se introduz perto do fim da titulação. A quantidade de tiosulfato de sódio 0,1 mol/l utilizada deve ser 25 ml.
- 6.1.2. Num balão aferido de 100 ml, deitar 10 ml do reagente pipetado e perfazer até ao traço com água. Misturar num frasco cónico 10 ml de reagente diluído com 25 ml, pipetados, de ácido clorídrico 0,1 mol/l (4.11) e aquecer durante uma hora em banho de água a ferver. Arrefecer, perfazer o volume inicial com água acabada de ferver e titular com hidróxido de sódio 0,1 mol/l (4.10) na presença de fenoltaleína (4.12).
- 6.1.3. Titular com ácido clorídrico 0,1 mol/l (4.11), na presença de fenoltaleína (4.12), 10 ml de reagente diluído (6.12). A viragem é marcada pelo desaparecimento da cor violeta. A quantidade de ácido clorídrico 0,1 mol/l (4.10) utilizada deve ser de 6 a 7,5 ml.
- 6.1.4. O reagente de Luff-Schoorl deve ter um pH compreendido entre 9,3 e 9,4 a 20 °C.
- 6.2. *Preparação de solução*
- 6.2.1. Pesar com precisão de 1 mg, 5 g da amostra e introduzi-la num balão aferido de 250 ml. Juntar 200 ml de água. Se necessário, clarificar juntando sucessivamente 5 ml de solução de Carrez I (4.1) e 5 ml de solução de Carrez II (4.2). Agitar após cada adição. Perfazer 250 ml com água. Misturar. Filtrar, se necessário.
- 6.2.2. Diluir a solução 6.2.1 de modo a que 25 ml de solução contenham pelo menos 15 mg e no máximo 60 mg de açúcares redutores expressos em glucose.
- 6.3. *Titulação segundo Luff-Schoorl*
- Tomar com a pipeta 25 ml do reagente segundo Luff-Schoorl (4.3) e introduzir num frasco cónico de 300 ml (5.1), juntar dois granulados de pedra-pomes (4.8). Colocar de imediato o frasco cónico (5.1) munido de um condensador de refluxo sobre uma rede metálica com uma placa de amianto munida de uma abertura correspondente ao diâmetro do fundo do frasco cónico. Levantar o líquido à ebulição durante cerca de 2 minutos. A partir deste momento, ferver lentamente durante exactamente dez minutos. Arrefecer imediatamente em água fria e após cerca de 5 minutos, titular como se segue :
- Juntar 10 ml de solução de iodeto de potássio (4.7) e, imediatamente após e com cuidado (devido ao risco de formação de uma espuma abundante), 25 ml de ácido sulfúrico 3 mol/l (4.6). Titular em seguida com a solução de tiosulfato de sódio 0,1 mol/l (4.4) até ao aparecimento de uma coloração amarela pálida, juntar alguns ml de solução de amido (4.5) e prosseguir a titulação até ao desaparecimento da coloração azul.
- Efectuar um ensaio em branco, substituindo os 25 ml de solução açucarada (6.2.2) por 25 ml de água.
7. **Expressão dos resultados**
- 7.1. *Cálculo dos resultados*
- Estabelecer, com a ajuda da tabela a quantidade de glucose ou de açúcar invertido em mg, correspondente à diferença entre os valores das duas titulações, expressos em ml de tiosulfato de sódio 0,1 mol/l (efectuar a interpolação se necessário).
- Exprimir o resultado em % (m/m) de açúcar invertido ou de D-glucose, em relação à matéria seca.
- 7.2. *Repetibilidade*
- A diferença entre os resultados de duas titulações paralelas, efectuadas simultaneamente nas mesmas condições, pelo mesmo analista, relativas à mesma amostra, não deve ultrapassar 0,2 ml.
8. **Observação**
- 8.1. Pode ser aconselhável juntar cerca de 1 ml de isopentanol (4.9) antes da acidificação com o ácido sulfúrico, a fim de evitar a formação de espuma.

Tabela de valores segundo Luff-Schoorl

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

MÉTODO 7

DETERMINAÇÃO DOS AÇÚCARES REDUTORES EXPRESSOS EM AÇÚCAR INVERTIDO

(Método a volume constante Lane e Eynon)

1. Objectivo e âmbito de aplicação

Este método permite determinar os açúcares redutores, expressos em açúcares invertidos, no :

- açúcar líquido,
- açúcar branco líquido,
- açúcar líquido invertido,
- açúcar branco líquido invertido,
- xarope de açúcar invertido,
- xarope de açúcar branco invertido.

2. Definição

Açúcares redutores expressos em açúcar invertido, teor de açúcares redutores tal como é determinado pelo método a seguir descrito.

3. Princípio

A solução a analisar é titulada no ponto de ebulição a em relação a um volume determinado de licor de Fehling, servindo o azul de metileno como indicador.

4. Reagentes

4.1. Licor de Fehling

4.1.1. Solução A :

Dissolver 69,3 g de sulfato de cobre (II) pentaidratado (CuSO₄.5H₂O) em água e perfazer 1 000 ml com água.

4.1.29 Solução B :

Dissolver 346 g de tartarato duplo de sódio e de potássio tetraidratado (KNaC₄H₄O₆.4H₂O) com 100 g de hidróxido de sódio em água e perfaze 1 000 ml com água.

Decantar a solução límpida de qualquer sedimento que se possa formar.

Nota bene : Conservar as duas soluções em frascos castanhos ou amarelos.

4.2. Hidróxido de sódio 1 mol/l

4.3. Solução padrão de açúcar invertido : num balão aferido de 250 ml, dissolver 23,75 g de sacarose pura em cerca de 120 ml de água, juntar 9 ml de ácido clorídrico (l = 1,16) e deixar em repouso à temperatura ambiente durante oito dias. Perfazer 250 ml da solução e verificar a hidrólise por leitura no sacarímetro num tubo de 200 mm. Dever-se-á obter — 11,80° ± 0,05° S (ver ponto 8).

Com a ajuda de uma pipeta, transferir 200 ml desta solução para um balão aferido de 2 000 ml. Diluir com água agitando sempre (para evitar uma alcalinidade local excessiva). Juntar 71,4 ml de hidróxido de sódio 1 mol/l (4.2) contendo 4 g de ácido benzóico (ver ponto 8).

Perfazer 2 000 ml a fim de obter uma solução a 1 g/100 ml de açúcar invertido. A solução deve apresentar um pH próximo de 3. Esta solução concentrada e estável, deve ser diluída imediatamente antes de ser utilizada.

Para obter uma solução de açúcar invertido a 0,25 g/100 ml encher até à marca um balão aferido de 250 ml com a solução de açúcar invertido a 1 g/100 ml a 20 °C. Lavar este balão deitando a solução num balão aferido de 1 000 ml e diluir até ao traço com água, de novo a 20 °C.

4.4. *Solução de azul de metileno a 1 g/100 ml.*

5. **Aparelhos e utensílios**

5.1. Balão de boca estreita, 500 ml.

5.2. Bureta de 50 ml, com torneira, graduada em 0,05 ml.

5.3. Pipetas aferidas de 20,25 e 50 ml.

5.4. Balões aferidos marcados de 250,1 000 e 2 000 ml.

5.5. Dispositivo de aquecimento nas condições descritas no ponto 6.1 e de observação da viragem da cor no ponto final sem necessitar retirar o balão (5.1) da fonte de calor.

5.6. Cronómetro indicando o tempo ao segundo, pelo menos.

6. **Técnica**

6.1. *Aferição do licor de Fehling*

6.1.1. Deitar por ordem, com a ajuda de pipeta (5.3), 50 ml da solução B (4.1.2) e 50 ml da solução A (4.1.1) num copo limpo e seco. Misturar bem.

6.1.2. Lavar a bureta e enchê-la com a solução-padrão de açúcar invertido a 0,25 g/100 ml (4.3).

6.1.3. Deitar com uma pipeta uma alíquota de 20 ml da mistura das soluções A e B (6.1.1) num balão de 500 ml (5.1). Adicionar 15 ml de água no balão. Deitar 39 ml da solução de açúcar invertido, contida na bureta, juntar uma pequena quantidade de grãos de pedra-pomes e misturar o conteúdo do balão, mexendo suavemente.

6.1.4. Levar à ebulição o balão e o seu conteúdo e deixar ferver exactamente durante 2 minutos ; o balão não deve ser retirado da fonte de aquecimento durante toda a operação, nem deve parar de ferver.

Juntar três ou quatro gotas de solução de azul de metileno (4.4) no final dos 2 minutos de ebulição : a solução deve ter uma cor azul definida.

6.1.5. Prosseguir a aferição deitando da bureta a solução-padrão de açúcar invertido, em pequenas quantidades, a princípio 0,2 ml, depois 0,1 ml e por fim simples gotas, até que o ponto final seja atingido, isto é, até ao desaparecimento da cor azul dada pelo azul de metileno. A solução deve então tomar a cor avermelhada associada a uma suspensão de óxido de cobre (I).

6.1.6. O ponto final deve ser atingido ao fim de 3 minutos após o início da ebulição da solução. O título final V_0 deve situar-se entre 39 e 41 ml. Se V_0 ultrapassar estes limites, ajustar a concentração de cobre da solução A (4.1.1) e repetir o processo de aferição.

6.2. *Preparação das soluções a analisar*

A solução a analisar deve ser concentrada de modo a conter entre 250 e 400 mg de açúcar invertido por 100 ml.

6.3. *Ensaio preliminar*

6.3.1. Deve ser efectuado um ensaio preliminar a fim de que a quantidade de água a juntar aos 20 ml da mistura das soluções A e B seja suficiente para garantir a obtenção de um volume final de 75 ml após titulação.

O processo é o mesmo que o descrito no ponto 6.1.4, excepto o facto de se utilizar a solução a analisar em vez da solução-padrão de açúcar invertido. Deitar da bureta para um balão, 25 ml da solução a analisar, juntar 15 ml de água e levar a solução à ebulição durante exactamente 2 minutos, titular depois até que seja atingido o ponto final como descrito no ponto 6.1.5.

6.3.2. Depois da adição da solução de azul de metileno, se a cor avermelhada persistir, a solução a analisar está muito concentrada. Neste caso, abandonar o ensaio e recomençar um outro ensaio com uma solução menos concentrada.

Se forem necessários mais de 50 ml de solução a analisar, para obter a cor avermelhada, é conveniente utilizar uma solução mais concentrada.

Calcular a quantidade de água a juntar subtraindo de 75 ml os volumes do licor de Fehling (20 ml) e da solução a analisar.

6.4. *Análise da solução*

6.4.1. Deitar para um balão, 20 ml de licor de Fehling com a ajuda de uma pipeta e uma quantidade de água determinada de acordo com o ponto 6.3.

- 6.4.2. Juntar com a ajuda de uma bureta o título observado da solução da amostra (como determinado no ponto 6.3) menos 1 ml.

Juntar alguns grãos de pedra pomes, misturar o conteúdo do balão, mexendo, levar à ebulição e titular como descrito no ponto 6.3. O ponto final deve ser atingido cerca de um minuto após a adição de azul de metileno.

Título final = V_1 .

7. Expressão dos resultados

7.1. Fórmula e modo de cálculo

O teor de açúcares redutores da solução da amostra, calculado em açúcar invertido, é dado pela fórmula seguinte :

$$\% \text{ de açúcares redutores (expressos em açúcar invertido)} = \frac{V_0 \times 25 \times f}{C \times V_1}$$

em que :

C = concentração da solução da amostra em g por 100 ml,

V_0 = volume, em ml, da solução titulada de açúcares invertidos, usada na aferição,

V_1 = volume em ml da solução da amostra utilizada para a análise precisa descrita no ponto 6.4.2,

f = factor de correcção utilizado para ter em conta a concentração de sacarose da solução da amostra. Os valores são indicados no quadro seguinte.

Sacarose (g na mistura em ebulição)	Factor de correcção
0	1,000
0,5	0,982
1,0	0,971
1,5	0,962
2,0	0,954
2,5	0,946
3,0	0,939
3,5	0,932
4,0	0,926
4,5	0,920
5,0	0,915
5,5	0,910
6,0	0,904
6,5	0,898
7,0	0,893
7,5	0,888
8,0	0,883
8,5	0,878
9,0	0,874
9,5	0,869
10,0	0,864

As correcções para os diferentes teores de sacarose da solução da amostra podem ser calculados por interpolação a partir do quadro.

Nota bene : A concentração aproximada de sacarose pode ser calculada subtraindo a concentração dos sólidos dissolvidos devido ao açúcar invertido (estimando, para fins deste cálculo, que $f = 1$) à concentração total em sólidos dissolvidos, expressa em sacarose, e deduzida do índice de refração da solução, recorrendo ao método 3.

7.2 Repetibilidade

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas, efectuadas simultaneamente, nas mesmas condições pelo mesmo analista, relativas à mesma amostra, não deve ultrapassar 1 % da sua média aritmética.

8. Observação

Para a transformação em graus polarimétricos, dividir por 2,889 (tubo de precisão 200 mm ; fonte luminosa constituída por uma lâmpada de vapor de sódio ; temperatura do local onde se encontra o aparelho, próxima de 20 °C).

MÉTODO 8

DETERMINAÇÃO DO EQUIVALENTE EM DEXTROSE

(Método a titulação constante Lane-Eynon)

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

Este método permite determinar o equivalente em dextrose :

 - do xarope de glucose,
 - do xarope de glucose desidratada,
 - da dextrose monoidratada,
 - da dextrose anidra.
2. **Definição**
 - 2.1. Poder redutor : teor de açúcares redutores, determinado pelo método prescrito, expresso em dextrose anidra (D-glucose) e calculado em % (m/m) da amostra.
 - 2.2. Equivalente em dextrose : poder redutor, calculado em % (m/m) em relação à matéria seca.
3. **Princípio**

A solução a analisar é titulada no ponto de ebulição em relação a um volume determinado de licor de Fehling em condições bem definidas, utilizando o azul de metileno como indicador.
4. **Reagentes**
 - 4.1. *Licor de Fehling*
 - 4.1.1. Solução A :

Dissolver 69,3 g de sulfato de cobre (II) pentaidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) em água e perfazer 1 000 ml com água.
 - 4.1.2. Solução B :

Dissolver 346 g de tartarato duplo de sódio e potássio tetraidratado ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) com 100 g de hidróxido de sódio em água e perfazer 1 000 ml com água. Decantar a solução límpida de qualquer sedimento que se possa formar.

Nota bene : Conservar estas duas soluções (4.1.1 e 4.1.2) em frascos castanhos ou amarelos.
 - 4.1.3. Preparação do licor de Fehling

Deitar nesta ordem, com a ajuda da pipeta (5.3), 50 ml da solução B (4.1.2) e 50 ml da solução A num copo limpo e seco. Misturar bem.

Nota bene : Não conservar o licor de Fehling. Fazer uma preparação extemporânea em cada dia de utilização, aferindo-a de acordo com o ponto 6.1.
 - 4.2. *Dextrose anidra de referência* (D-glucose) ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$)

Secar o produto numa estufa de vácuo durante 4 horas a 100 ± 1 °C pelo menos e à pressão de cerca de 10 kPa (103 mbar).
 - 4.3. *Solução padrão de dextrose a 0,060 g/100 ml*

Pesar com precisão de 0,1 mg, 0,6 g de dextrose anidra (4.2), dissolvê-la na água ; transferir a solução para um balão aferido de 100 ml (5.4). Perfazer até ao traço e misturar.

Renovar esta solução em cada dia que se utilizar.
 - 4.4. *Solução de azul de metileno a 0,1 g/100 ml*

Dissolver 0,1 g de azul de metileno em 100 ml de água.
5. **Aparelhos e utensílios**
 - 5.1. Balão de boca estreita de 250 ml.
 - 5.2. Bureta em ângulo recto, de 50 ml, com torneira, graduada em 0,05 ml.
 - 5.3. Pipetas aferidas de 25 ml e 50 ml.
 - 5.4. Balões aferidos de 100 ml e 500 ml com um traço.
 - 5.5. Um dispositivo de aquecimento, permitindo manter a ebulição nas condições descritas no ponto 6.1 e observar a viragem da cor no ponto final sem necessitar de retirar o balão (5.1) da fonte de calor (6.1, nota 3).
 - 5.6. Cronómetro indicando o tempo ao segundo pelo menos
6. **Técnica**
 - 6.1. *Aferição do licor de Fehling*
 - 6.1.1. Pipetar 25 ml de licor de Fehling (4.1.3) para um balão de boca estreita, seco e limpo (5.1).

- 6.1.2. Encher a bureta (5.2) com a solução-padrão de dextrose (4.3).
- 6.1.3. Deitar no balão (5.1) 18 ml da solução-padrão de dextrose (4.3). Agitar o balão para misturar bem o conteúdo.
- 6.1.4. Colocar o balão sobre o dispositivo de aquecimento (5.3) previamente regulado de modo a que a ebulição comece ao fim de 120 ± 15 segundos.
- O dispositivo de aquecimento não deve ser regulado durante a operação de titulação (ver nota 1).
- 6.1.5. Quando a ebulição começar, destravar o cronómetro a partir do zero.
- 6.1.6. Ferver o conteúdo do balão durante 120 segundos controlados por cronómetro. Juntar 1 ml de solução de azul de metileno (4.4) próximo do final deste período.
- 6.1.7. Após uma ebulição de 120 segundos (controlada por cronómetro), começar a juntar a solução-padrão de dextrose, da bureta graduada (6.1.2) para o balão (5.1) em quantidades de 0,5 ml, até que a cor do azul de metileno desapareça (ver notas 2 e 3).
- Tomar nota do volume total de solução-padrão de dextrose adicionada, incluindo a penúltima adição de 0,5 ml (X ml).
- 6.1.8. Repetir as operações 6.1.1. e 6.1.2.
- 6.1.9. Deitar, da bureta graduada para o balão (5.1), uma quantidade de solução-padrão de dextrose igual a (X-0,3) ml.
- 6.1.10. Repetir as operações 6.1.4, 6.1.5 e 6.1.6.
- 6.1.11. Após uma ebulição de 120 segundos (controlada por cronómetro), começar a juntar a solução-padrão de dextrose, da bureta graduada para o balão (5.1) ; inicialmente em quantidades de 0,2 ml e por fim gota a gota, até que a cor do azul de metileno tenha desaparecido.
- Perto do final desta operação, o intervalo de tempo entre as adições sucessivas de solução-padrão de dextrose deve ser de 10 a 15 segundos.
- Estas adições devem ser concluídas em 60 segundos, isto é, o tempo total de ebulição não deve ultrapassar 180 segundos.
- Pode ser necessário proceder a uma terceira titulação com uma adição inicial de solução-padrão de dextros (6.1.9) que seja ligeiramente superior e convenientemente ajustada para obter o resultado pretendido.
- 6.1.12. Tomar nota do volume (V_0 em ml) da solução-padrão de dextrose utilizada até ao ponto final da titulação (ver nota 4).
- 6.1.13. V_0 deve estar compreendido entre 19 e 21 ml de solução-padrão de dextrose (4.3). Se V_0 ultrapassar estes limites, ajustar convenientemente a concentração da solução A (4.1.1) e repetir a operação de titulação.
- 6.1.14. Para a titulação quotidiana do licor de Fehling, dado que V_0 é conhecido com precisão, é necessária uma única titulação com uma adição inicial de ($V_0-0,5$) ml de solução-padrão de dextrose.
- Nota 1 :* É necessário, quando a ebulição tiver começado, que o desprendimento de vapor seja vivo e contínuo durante todo o processo de titulação, o que permitirá evitar, tanto quanto possível, a entrada de ar no balão de titulação, que teria por consequência a reoxidação do seu conteúdo.
- Nota 2 :* O desaparecimento da cor do azul de metileno é mais facilmente observável olhando as camadas superiores e o menisco do conteúdo do balão de titulação, que estão relativamente isentos do precipitado de óxido de cobre (I) vermelho. O desaparecimento da cor é mais visível à luz indirecta. É útil colocar um fundo branco atrás do balão de titulação.
- Nota 3 :* A bureta graduada deve estar tanto quanto possível isolada da fonte de calor durante o doseamento.
- Nota 4 :* Dado que é sempre necessário ter em conta o factor individual, cada operador deve efectuar a sua própria titulação de normalização e utilizar o seu próprio valor de V_0 para os calculos (7.1).
- 6.2. *Exame preliminar da amostra*
- 6.2.1. A menos que o poder redutor (2.1) da amostra seja conhecido aproximadamente, efectuar um exame preliminar com o objectivo de obter o seu valor aproximado de modo a que a massa da amostra a analisar (6.3) possa ser calculada.
- Este exame efectua-se como se segue :
- 6.2.2. Preparar uma solução de Z % (m/v) da amostra, tendo « Z » um valor estimado.
- 6.2.3. Ver 6.1.2, utilizar a solução da amostra (6.2.2) em vez da solução titulada de dextrose.
- 6.2.4. Ver 6.1.1.
- 6.2.5. Ver 6.1.3. Utilizar 10 ml da solução da amostra em vez de 18 ml de solução-padrão de dextrose.
- 6.2.6. Ver 6.1.4.
- 6.2.7. Levar à ebulição o conteúdo do balão. Adicionar 1 ml de solução de azul de metileno (4.4).

6.2.8. Logo que a ebulição tiver início, destravar o cronómetro (5.6) a partir do zero e começar a juntar de 10 em 10 segundos, 1 ml da solução da amostra da bureta para o balão, até que a cor do azul de metileno desapareça.

Tomar nota do volume total da solução da amostra adicionado, incluindo a penúltima adição (Y ml).

6.2.9. « Y » não deve exceder 50 ml. No caso de exceder, aumentar a concentração da solução da amostra e repetir a titulação.

6.2.10. O poder redutor aproximado da amostra preparada, em percentagem da massa, é dado pela fórmula :

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

6.3. *Amostra a analisar*

Pesar com precisão de 0,1 mg, uma quantidade da amostra (M g) que contenha entre 2,85 g e 3,15 g de açúcares redutores expressos em dextrose anidra (D-glucose), utilizando para o cálculo, quer o valor aproximado conhecido que diz respeito ao poder redutor (2.1), quer o valor aproximado obtido no ponto 6.2.10.

6.4. *Solução a analisar*

Dissolver em água a quantidade da amostra (M g) a analisar e perfazer 500 ml com água.

6.5. *Determinação*

6.5.1. Ver 6.1.1.

6.5.2. Encher a bureta (5.2) com a solução a analisar (6.4).

6.5.3. Deitar da bureta para o balão, 18,5 ml da solução a analisar. Agitar o balão a fim de misturar o conteúdo.

6.5.4. Ver 6.1.4.

6.5.5. Ver 6.1.5.

6.5.6. Ver 6.1.6.

6.5.7. Ver 6.1.7 ; utilizar a solução a analisar em vez da solução-padrão de dextrose.

6.5.8. Ver 6.1.8.

6.5.9. Ver 6.1.9 ; utilizar a solução a analisar em vez da solução-padrão de dextrose.

6.5.10. Ver 6.1.10.

6.5.11. Ver 6.1.11 ; utilizar a solução a analisar em vez da solução-padrão de dextrose.

6.5.12. Tomar nota do volume (V₁) da solução a analisar utilizado até ao ponto final da titulação.

6.5.13. V₁ deve estar compreendido entre 19 e 21 ml da solução a analisar. Se V₁ exceder os limites, ajustar como for conveniente a concentração da solução a analisar e repetir de 6.5.1. a 6.5.12.

6.5.14. Efectuar dois doseamentos com a mesma solução a analisar.

6.6. *Teor da matéria seca*

Determinar o teor da matéria seca da amostra utilizando o método 2.

7. **Expressão dos resultados**

7.1. *Fórmulas e cálculo dos resultados*

7.1.1. Poder redutor :

O poder redutor, calculado em percentagem em relação à massa da amostra, é dado pela fórmula :

$$\frac{300 \times V_0}{V_1 \times M}$$

em que :

V₀ = volume, em ml, da solução-padrão de dextrose (4.3) utilizada na titulação de aferção (6.1),

V₁ = volume, em ml, da solução a analisar (6.4) utilizado na titulação de determinação (6.5),

M = massa em g, da amostra a analisar (6.3) utilizada para obter 500 ml de solução a analisar.

7.1.2. Equivalente em dextrose :

O equivalente em dextrose, calculado em percentagem em relação à massa da matéria seca da amostra é dado pela fórmula :

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

em que :

PR = poder redutor calculado em percentagem em relação à massa da amostra (7.1.1),

D = teor da matéria seca da amostra preparada em percentagem por massa.

- 7.1.3. Tomar como resultado a média aritmética de dois doseamentos na condição de estarem preenchidas as exigências respeitantes à reprodutibilidade (7.2.)

7.2. *Repetibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas, efectuadas simultaneamente nas mesmas condições pelo mesmo analista, relativas à mesma amostra, não deve ultrapassar 1 % da sua média aritmética.

MÉTODO 9

DETERMINAÇÃO DA CINZA SULFATADA

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O método permite determinar o teor de cinzas :

- do xarope de glucose,
- do xarope de glucose desidratado,
- da dextrose monoidratada,
- da dextrose anidra.

2. **Definição**

O teor de cinza sulfatada é obtido pela aplicação do método a seguir descrito.

3. **Princípio**

A massa residual da amostra é determinada em meio oxidante após incineração a 525 °C, na presença de ácido sulfúrico e é expressa em percentagem da massa.

4. **Reagentes**

- 4.1. *Ácido sulfúrico diluído* : juntar lentamente e com precaução, 100 ml de H₂SO₄ concentrado [massa volúmica 20 = 1,84 g/ml ; 96 % (m/m)] a 300 ml de água.

5. **Aparelhos e utensílios**

- 5.1. Forno eléctrico de mufla, munido de um pirómetro e susceptível de funcionar à temperatura de 525 ± 25 °C.
- 5.2. Balança analítica com precisão de 0,1 mg.
- 5.3. Cadinhos de incineração em platina ou quartzo, de volume adequado.
- 5.4. Exsiccador com sílica gel recentemente activada ou com um agente desidratante equivalente e munido de um indicador de humidade.

6. **Técnica**

Pesar, com precisão de 0,1 mg, 5 g de xarope de glucose ou de xarope de glucose desidratado ou cerca de 10 g de dextrose monoidratada ou anidra num cadinho de incineração (5.3), previamente levado à temperatura de incineração, seguidamente arrefecido e tarado.

Juntar 5 ml de solução de ácido sulfúrico (4.1) (8.1). Aquecer com cuidado o cadinho que contém a amostra à chama ou sobre uma placa de aquecimento até à carbonização completa. Durante a carbonização, inflamar os vapores da amostra (8.2).

Colocar então o cadinho de incineração (5.3) no forno de mufla (5.1) à temperatura de 525 ± 25 °C até obtenção de cinza branca, o que geralmente pode ser obtido 2 horas (8.3).

Deixar arrefecer a amostra cerca de 30 minutos no exsiccador (5.4) e pesar.

7. **Expressão dos resultados**

7.1. *Fórmula e modo de cálculo*

O teor de cinza sulfatada expressa em percentagem da massa da amostra a analisar é igual a :

$$S = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

em que:

m₀ = massa inicial, em g, da toma de ensaio,

m₁ = massa em g, de cinza sulfatada.

7.2. *Repetibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas, efectuadas simultaneamente nas mesmas condições pelo mesmo analista, relativas à mesma amostra, não deve ultrapassar 2 % do teor de cinza em valor relativo.

8. **Observações**
- 8.1. A fim de evitar uma formação excessiva de espuma, juntar ácido sulfúrico em pequenas quantidades.
- 8.2. Devem ser tomadas todas as precauções necessárias durante a primeira carbonização para evitar as perdas da amostra e da cinza, na sequência de uma dilatação muito forte da massa.
- 8.3. Se a amostra for difícil de carbonizar, o cadinho pode ser retirado do forno de mufla e o resíduo humidificado depois de arrefecido com algumas gotas de água antes de o colocar de novo na mufla.

MÉTODO 10

DETERMINAÇÃO DA POLARIZAÇÃO

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**
- O método permite determinar a polarização :
- do açúcar semibranco
 - do açúcar ou açúcar branco,
 - do açúcar branco extra.
2. **Definição**
- A polarização é a rotação do plano da luz polarizada por uma solução de 26 g de açúcar em 100 ml contida num tubo de 200 mm de comprimento.
3. **Princípio**
- A polarização é determinada num sacarímetro ou polarímetro de acordo com as condições do método a seguir descrito.
4. **Reagentes**
- 4.1. *Agente clarificante* : solução de acetato básico de chumbo.
- Juntar 560 g de acetato básico de chumbo seco a cerca de 1 000 ml de água recentemente fervida.
- Ferver durante 30 minutos e deixar em repouso aproximadamente uma noite.
- Decantar a camada superior e diluir com água recentemente fervida de modo a obter uma solução com uma massa volúmica de cerca de 1,25 (massa volúmica 20 = 1,25 g/ml). Conservar esta solução ao abrigo do ar.
- 4.2. *Éter dietílico*
5. **Aparelhos e utensílios**
- 5.1. *Sacarímetro graduado para um peso de 26 g de sacarose ou polarímetro*
- Este aparelho deve ser instalado num local onde a temperatura seja próxima de 20° e ter sido aferido com placas-padrão de quartzo.
- 5.2. Fonte luminosa constituída por uma lâmpada de vapor de sódio.
- 5.3. Tubos de precisão para polarímetro com 200 mm de comprimento que não devem apresentar um erro que exceda $\pm 0,02$ mm.
- 5.4. Balança analítica, com precisão de 0,1 mg.
- 5.5. Balões aferidos de 100 ml calibrados individualmente. Os balões cuja capacidade real se situe no intervalo de $100 \pm 0,01$ ml podem ser utilizados sem correcção. Os balões cuja capacidade se situe fora destes limites devem ser utilizados com uma correcção adequada para ajustar o volume a 100 ml.
- 5.6. Banho de água com termóstato regulável a $20 \pm 0,1$ °C.
6. **Técnica**
- 6.1. *Preparação da solução*
- Pesar o mais rapidamente possível 26 g $\pm 0,002$ g da amostra a analisar e introduzir quantitativamente num balão aferido de 100 ml (5.5), com a ajuda de cerca de 60 ml de água.
- Dissolver por agitação e sem aquecer.
- Quando for necessária uma clarificação, juntar 0,5 ml do reagente de acetato básico de chumbo (4.1).
- Misturar a solução por rotação do balão e lavar as paredes do balão perfazendo o volume até cerca de 10 mm abaixo do traço de aferição.

Colocar o balão no banho de água, regulado a $20 \pm 0,1$ °C (5.6) até à estabilização da temperatura da solução de açúcar.

Eliminar, se necessário, as bolhas formadas à superfície do líquido com uma gota de éter dietílico (4.2).

Perfazer até ao traço de aferição.

Misturar cuidadosamente, invertendo o balão pelo menos três vezes.

Deixar repousar o balão e o conteúdo durante 5 minutos.

6.2. *Polarização*

Manter, para as operações seguintes, a temperatura a $20 \pm 0,1$ °C.

6.2.1. Assegurar-se de que o aparelho está no ponto zero.

6.2.2. Filtrar a solução por papel de filtro. Eliminar os primeiros 10 ml do filtrado. Recolher em seguida 50 ml do filtrado.

6.2.3. Lavar o tubo polarimétrico, passando-o duas vezes com a solução 6.2.2.

Encher o tubo cuidadosamente com a solução de sacarose a analisar a $20 \pm 0,1$ °C.

Eliminar todas as bolhas de ar no momento em que se coloca o obturador em posição.

Colocar o tubo cheio na calha do aparelho.

6.2.4. Ler a rotação com uma aproximação de $0,05^\circ$ S (ou de $0,02^\circ$ S graus polarimétricos) e efectuar cinco determinações. Fazer a média.

7. **Expressão dos resultados**

7.1. *Fórmula e cálculo dos resultados*

Os resultados expressam-se em graus S com uma precisão de $0,1^\circ$ S. A transformação dos graus polarimétricos em graus sacarimétricos faz-se recorrendo à fórmula :

$$\text{grau S} = \text{grau de polarimétrico} \times 2,889$$

7.2. *Repetibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas, efectuadas simultaneamente, nas mesmas condições pelo mesmo analista, relativas à mesma amostra e representando cada uma a média de cinco leituras, não deve exceder $0,1^\circ$ S.