

	PAGINA		PAGINA
contencioso-administrativo interpuesto contra este Departamento por don Aurelio Aguirre y otros.	16521	Orden de 30 de junio de 1977 por la que se concede el título-licencia de Agencia de Viajes del grupo «A» a «Jumbo Tours, S. A.».	16522
Resolución de la Dirección General del Trabajo por la que se homologa con el número 122 el adaptador facial, tipo mascarilla, modelo «Manfer» número 4, para un filtro, fabricado y presentado por la Empresa «Antonio Nicoláu Camps», Manufactura de Material de Protección», de Barcelona, como elemento de protección personal de las vías respiratorias.	16522	Resolución de la Subsecretaría de Turismo por la que se convocan becas para estudiantes españoles que cursen enseñanzas turísticas en las Escuelas de Turismo o de Hotelería.	16522
Resolución de la Delegación General del Instituto Nacional de Previsión en el concurso libre de méritos para proveer en propiedad plazas de Facultativos en la Residencia Sanitaria «Camino de Santiago», de Ponferrada (León).	16489	MINISTERIO DE TRANSPORTES Y COMUNICACIONES	
Resolución de la Delegación General del Instituto Nacional de Previsión en el concurso libre de méritos para proveer en propiedad plazas de Facultativos en la Residencia Sanitaria «San Juan de la Cruz», de Ubeda (Jaén).	16489	Resolución de la Dirección General de Transportes Terrestres por la que se anuncian concursos para la concesión de los servicios públicos regulares de transporte de viajeros por carretera que se citan.	16523
Resolución de la Delegación General del Instituto Nacional de Previsión en el concurso libre de méritos, para proveer en propiedad plazas de Facultativos en la Residencia Sanitaria «Onésimo Redondo», de Valladolid.	16490	ADMINISTRACIÓN LOCAL	
Corrección de errores de la Resolución de la Dirección General de Servicios Sociales por la que se hace pública la relación de aspirantes aprobados en las oposiciones restringidas para la provisión de 30 plazas del Cuerpo de Ejecutivos (Escala de Administración) del Servicio de Recuperación y Rehabilitación de Minusválidos Físicos y Psíquicos.	16506	Resolución de la Diputación Provincial de Córdoba por la que se rectifica el concurso para proveer la plaza de Recaudador de Tributos de la zona de Cabra.	16506
MINISTERIO DE COMERCIO Y TURISMO			
Orden de 21 de julio de 1977 sobre fijación del derecho compensatorio variable para la importación de productos sometidos a este régimen.	16484	Resolución de la Diputación Provincial de Córdoba por la que se rectifica el concurso para proveer en propiedad la zona de Peñarroyaa-Pueblonuevo.	16506
Orden de 21 de julio de 1977 sobre fijación del derecho regulador para la importación de productos sometidos a este régimen.	16485	Resolución de la Diputación Provincial de Córdoba por la que se fija fecha para el levantamiento de actas previas a la ocupación de las fincas que se citan.	16524
MINISTERIO DE COMERCIO			
Corrección de errores de la Orden de 1 de abril de 1977 por la que se amplía el régimen de tráfico de perfeccionamiento activo autorizado a «Compañía Española de Petróleos, S. A.» (CEPSA), por Orden de 2 de diciembre de 1975 en el sentido de incluir nuevos productos de exportación.	16522	Resolución de la Diputación Provincial de Tarragona referente a concurso-oposición para cubrir en propiedad una plaza de Ingeniero adjunto de Vías y Obras.	16506
MINISTERIO DE INFORMACION Y TURISMO			
Orden de 13 de junio de 1977 por la que se concede el título-licencia de Agencia de Viajes del grupo «A» a «Viajes San Jorge, S. A.».	16522	Resolución del Ayuntamiento de Laredo por la que se anuncia oposición para proveer en propiedad una plaza de Técnico Auxiliar.	16506
		Resolución del Ayuntamiento de Santander por la que se anulan las convocatorias para proveer en propiedad plazas de Delineantes de Arquitectura y Vialidad mediante concurso-oposición libre.	16506
		Resolución del Organismo de Gestión de los Servicios Hospitalarios de la Diputación Provincial de León por la que se convoca concurso para la provisión de una plaza de Jefe Clínico para el Servicio de Neurocirugía.	16506
		Resolución del Organismo de Gestión de los Servicios Hospitalarios de la Diputación Provincial de León por la que se convoca concurso para la provisión de una plaza de Jefe de Servicio para el Servicio de Anatomía Patológica.	16506
		Resolución del Organismo de Gestión de los Servicios Hospitalarios de la Diputación Provincial de León por la que se convoca concurso para la provisión de una plaza de Jefe de Servicio para el Servicio de Oftalmología.	16506

I. Disposiciones generales

PRESIDENCIA DEL GOBIERNO

16116 *Métodos Oficiales de Análisis de Aceites y Grasas, Cereales y Derivados, Productos Lácteos y Productos Derivados de la Uva, establecidos por Orden de 31 de enero de 1977. (Continuación.)*

5(b). TITULO ALCOHOMETRICO

(Método areométrico)

5(b).1. Principio.

Como en 5(a).1.

5(b).2. Material y aparatos.

5(b).2.1. Aparatos de destilación.—Como en 5(a).2.1.

5(b).2.2. Aparatos para areometría.

5(b).2.2.1. Alcohómetro.

5(b).2.2.2. Termómetro.

5(b).2.2.3. Probeta.

5(b).3. Reactivos.

Como en 5(a).3.

5(b).4. Procedimiento.

Las generalidades como en 5(a).4.

5(b).4.1. Destilación.—Como en 5(a).4.1.

5(b).4.2. Determinación areométrica.—Como en 4(b).3, teniendo en cuenta que se utiliza destilado en vez de vino, y que el tallo del areómetro viene graduado en grados alcohólicos aparentes. Hacer al menos tres lecturas del grado alcohólico aparente, sirviéndose si es preciso de una lupa.

5(b).5. Cálculo.

Calcular el grado alcohólico internacional O. I. V. a 20° C, utilizando la tabla 5(b).I, añadiendo o restando al grado alcohólico aparente a t° la corrección correspondiente.

5(b).6. Referencias.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A2, 1-25, 1969.

2. P. Jaulmes, S. Brun: «Tables de correspondance entre les diverses tables alcoométriques», Société Pharmacie Montpellier, 26; 2, 111-141, 1966.

TABLA 5(b).I

Correcciones a efectuar sobre el grado alcohólico aparente para corregir la acción de la temperatura

Temperaturas	Grados alcohólicos aparentes																		
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	
10°	0,84	0,87	0,88	0,92	0,96	1,01	1,08	1,16	1,24	1,34	1,44	1,58	1,73	1,89	2,06	2,24	2,43	2,63	
11°	0,80	0,81	0,83	0,86	0,90	0,96	1,01	1,08	1,16	1,25	1,34	1,46	1,59	1,73	1,88	2,04	2,21	2,38	
12°	0,74	0,76	0,78	0,80	0,84	0,88	0,94	1,00	1,07	1,15	1,23	1,32	1,43	1,55	1,68	1,82	1,97	2,13	
13°	0,67	0,69	0,70	0,73	0,76	0,80	0,86	0,90	0,95	1,02	1,10	1,18	1,28	1,38	1,48	1,60	1,72	1,85	
14°	0,60	0,61	0,62	0,65	0,68	0,71	0,75	0,79	0,85	0,90	0,96	1,03	1,11	1,19	1,28	1,39	1,49	1,59	
15°	0,51	0,52	0,54	0,56	0,58	0,61	0,64	0,68	0,72	0,77	0,82	0,87	0,94	1,01	1,09	1,17	1,26	1,34	
16°	0,42	0,43	0,45	0,46	0,48	0,50	0,53	0,55	0,58	0,62	0,66	0,71	0,76	0,82	0,88	0,94	1,01	1,08	
17°	0,32	0,33	0,34	0,35	0,37	0,39	0,41	0,43	0,46	0,48	0,51	0,55	0,58	0,63	0,67	0,71	0,76	0,81	
18°	0,23	0,24	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,30	0,31	0,33	0,34	0,36	0,39	0,42	0,45	0,47	0,50	0,53	
19°	0,11	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,14	0,15	0,16	0,16	0,17	0,18	0,20	0,21	0,23	0,24	0,26	0,28	
20°																			
21°		0,13	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,23	0,24	0,26	0,28	
22°		0,26	0,27	0,28	0,28	0,29	0,30	0,32	0,34	0,35	0,37	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,51	0,54	
23°		0,41	0,42	0,43	0,44	0,45	0,47	0,49	0,51	0,54	0,56	0,60	0,63	0,67	0,71	0,74	0,78	0,82	
24°		0,56	0,57	0,58	0,59	0,61	0,64	0,67	0,70	0,73	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94	0,99	1,04	1,09	
25°		0,71	0,72	0,73	0,75	0,78	0,81	0,84	0,89	0,93	0,98	1,02	1,07	1,12	1,18	1,24	1,32	1,38	
26°		0,86	0,88	0,91	0,93	0,96	1,00	1,04	1,09	1,14	1,19	1,24	1,30	1,36	1,43	1,51	1,57	1,65	
27°		1,05	1,08	1,10	1,14	1,18	1,23	1,28	1,34	1,40	1,46	1,53	1,60	1,68	1,76	1,85	1,93		
28°		1,22	1,25	1,28	1,33	1,38	1,44	1,50	1,56	1,62	1,68	1,75	1,83	1,92	2,02	2,11	2,21		
29°		1,40	1,44	1,48	1,52	1,58	1,64	1,71	1,78	1,85	1,92	2,00	2,08	2,17	2,28	2,39	2,50		
30°		1,59	1,62	1,66	1,71	1,77	1,85	1,93	2,00	2,07	2,15	2,23	2,33	2,45	2,55	2,67	2,79		

SI MAR

RESTAR

TABLA 5(b).I

Correcciones a efectuar sobre el grado alcohólico aparente para corregir la acción de la temperatura

Temperaturas	Grados alcohólicos aparentes																	
	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
10°	1,89	2,06	2,24	2,43	2,63	2,84	3,01	3,15	3,29	3,44	3,58	3,70	3,82	3,93	4,04	4,14	4,24	4,33
11°	1,73	1,88	2,04	2,21	2,38	2,56	2,71	2,84	2,95	3,08	3,21	3,32	3,42	3,52	3,61	3,69	3,78	3,86
12°	1,55	1,68	1,82	1,97	2,13	2,27	2,40	2,51	2,63	2,73	2,84	2,93	3,02	3,10	3,18	3,25	3,32	3,39
13°	1,38	1,48	1,60	1,72	1,85	1,99	2,11	2,20	2,29	2,38	2,47	2,57	2,64	2,71	2,78	2,84	2,89	2,94
14°	1,19	1,28	1,39	1,49	1,59	1,71	1,81	1,89	1,96	2,03	2,11	2,19	2,25	2,30	2,36	2,42	2,47	2,52
15°	1,01	1,09	1,17	1,26	1,34	1,44	1,51	1,58	1,64	1,71	1,77	1,82	1,87	1,91	1,96	2,01	2,05	2,09
16°	0,82	0,88	0,94	1,01	1,08	1,15	1,20	1,26	1,31	1,36	1,40	1,45	1,49	1,53	1,56	1,59	1,62	1,64
17°	0,63	0,67	0,71	0,76	0,81	0,85	0,90	0,95	0,99	1,02	1,06	1,09	1,12	1,15	1,17	1,19	1,21	1,23
18°	0,42	0,45	0,47	0,50	0,53	0,56	0,60	0,63	0,65	0,68	0,70	0,72	0,75	0,76	0,77	0,79	0,81	0,82
19°	0,21	0,23	0,24	0,26	0,28	0,29	0,30	0,31	0,32	0,33	0,34	0,35	0,36	0,37	0,38	0,40	0,41	0,42
20°																		
21°	0,21	0,23	0,24	0,26	0,28	0,30	0,31	0,32	0,33	0,34	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,39	0,40
22°	0,44	0,46	0,48	0,51	0,54	0,57	0,60	0,62	0,65	0,67	0,69	0,71	0,73	0,74	0,76	0,78	0,79	0,81
23°	0,67	0,71	0,74	0,78	0,82	0,86	0,90	0,94	0,98	1,00	1,03	1,06	1,08	1,11	1,14	1,16	1,19	1,21
24°	0,89	0,94	0,99	1,04	1,09	1,14	1,21	1,27	1,31	1,35	1,38	1,42	1,46	1,50	1,53	1,56	1,58	1,60
25°	1,12	1,18	1,24	1,32	1,38	1,44	1,51	1,60	1,65	1,69	1,72	1,76	1,81	1,86	1,90	1,94	1,97	2,00
26°	1,36	1,43	1,51	1,57	1,65	1,73	1,82	1,90	1,97	2,02	2,06	2,12	2,18	2,23	2,28	2,31	2,35	2,39
27°	1,60	1,68	1,76	1,85	1,93	2,02	2,12	2,22	2,30	2,36	2,42	2,47	2,53	2,59	2,64	2,70	2,74	2,78
28°	1,83	1,92	2,02	2,11	2,21	2,31	2,43	2,54	2,63	2,70	2,76	2,83	2,90	2,96	3,02	3,07	3,12	3,16
29°	2,08	2,17	2,28	2,39	2,50	2,62	2,73	2,85	2,96	3,05	3,11	3,18	3,25	3,32	3,39	3,45	3,51	3,56
30°	2,33	2,45	2,55	2,67	2,79	2,91	3,04	3,16	3,28	3,38	3,46	3,54	3,61	3,69	3,76	3,83	3,89	3,95

SUMAR

RESTAR

6. EXTRACTO SECO TOTAL

6.1. Principio.

El extracto seco total o materias secas totales es el conjunto de todas las sustancias que, en condiciones físicas determinadas, no se volatilizan. Estas condiciones físicas deben fijarse de tal manera que las sustancias componentes de este extracto sufran el mínimo de alteración.

El extracto seco total se calcula indirectamente conociendo la densidad del «residuo sin alcohol», que es el vino cuyo alcohol ha sido evaporado y después se ha restablecido el volumen primitivo por adición de agua.

6.2. Procedimiento.

Llevar el residuo de la destilación del alcohol del vino (sin previa neutralización) al matraz en donde se midió el vino. Lavar el matraz en donde se destiló el vino con varias porciones de agua, y llenar con estas aguas hasta volumen, el matraz con el residuo de la destilación, a la misma temperatura a la que se enrasó el vino. Mezclar bien, verter en una probeta y determinar la densidad como en 4(a).

6.3. Cálculo.

Calcular el extracto seco expresado en g/l a partir de la densidad del residuo sin alcohol utilizando la tabla 6.1.

6.3.1. Determinar la densidad del residuo sin alcohol como en 6.2.

6.3.2. Calcular la densidad 20/20 del residuo sin alcohol según la fórmula de Tabarié:

$$d_r = d_v - d_a + 1$$

d_r = densidad 20/20 del residuo sin alcohol.

d_v = densidad del vino a 20°.

d_a = densidad a 20° de la mezcla hidroalcohólica del mismo grado que el vino.

6.3.3. Calcular la densidad del residuo sin alcohol a partir de las masas volúmicas.

$$d_r = 1,0018 (\rho_v - \rho_a) + 1$$

ρ_v = masa volúmica del vino a 20°.

ρ_a = masa volúmica a 20° de la mezcla hidroalcohólica del mismo grado que el vino.

Para valores de ρ_v menores a 1,05 puede tomarse 1 en vez de 1,0018.

6.4. Observaciones.

El extracto seco se expresa por la cantidad de sacarosa que, disuelta en agua hasta 1 l, da una solución de la misma densidad que el residuo sin alcohol. En la tabla 8.1 se encuentra la equivalencia de esta densidad, en extracto, expresada en sacarosa.

6.5. Referencia.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A3, 1-6. 1969.

TABLA 6.1

Contenido en extracto seco (g/l)

Densidad con dos decimales	Tercer decimal de la densidad									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Gramos de extracto por litro									
1,00	0	2,6	5,1	7,7	10,3	12,9	15,4	18,0	20,6	23,2
1,01	25,8	28,4	31,0	33,6	36,2	38,8	41,3	43,9	46,5	49,1
1,02	51,7	54,3	56,9	59,5	62,1	64,7	67,3	69,9	72,5	75,1
1,03	77,7	80,3	82,9	85,5	88,1	90,7	93,3	95,9	98,5	101,1
1,04	103,7	106,3	109,0	111,6	114,2	116,8	119,4	122,0	124,6	127,2
1,05	129,8	132,4	135,0	137,6	140,3	142,9	145,5	148,1	150,7	153,3
1,06	155,9	158,5	161,2	163,8	166,4	169,0	171,6	174,3	176,9	179,5
1,07	182,1	184,8	187,4	190,0	192,6	195,2	197,8	200,5	203,1	205,8
1,08	208,4	211,0	213,6	216,2	218,9	221,5	224,1	226,8	229,4	232,0
1,09	234,7	237,3	239,9	242,5	245,2	247,8	250,4	253,1	255,7	258,4
1,10	261,0	263,6	266,3	268,9	271,5	274,2	276,8	279,5	282,1	284,8
1,11	287,4	290,0	292,7	295,3	298,0	300,6	303,3	305,9	308,6	311,2
1,12	313,9	316,5	319,2	321,8	324,5	327,1	329,8	332,4	335,1	337,8
1,13	340,4	343,0	345,7	348,3	351,0	353,7	356,3	359,0	361,6	364,3
1,14	366,9	369,6	372,3	375,0	377,6	380,3	382,9	385,6	388,3	390,9
1,15	393,6	396,2	398,9	401,6	404,3	406,9	409,6	412,3	415,0	417,6
1,16	420,3	423,0	425,7	428,3	431,0	433,7	436,4	439,0	441,7	444,4
1,17	447,1	449,8	452,4	455,2	457,8	460,5	463,2	465,9	468,6	471,3
1,18	473,9	476,6	479,3	482,0	484,7	487,4	490,1	492,8	495,5	498,2
1,19	500,9	503,5	506,2	508,9	511,6	514,3	517,0	519,7	522,4	525,1
1,20	527,8	—	—	—	—	—	—	—	—	—

TABLA INTERCALAR

4.º decimal de la densidad	Extracto g/l
1	0,3
2	0,5
3	0,8
4	1,0
5	1,3
6	1,6
7	1,8
8	2,1
9	2,3

7(a). AZUCARES REDUCTORES

(Defecación plúmbica) (Provisional)

7(a).1. Principio.

Eliminación previa de todas las materias reductoras distintas de los azúcares por defecación con acetato neutro de plomo, y valoración basada en la acción reductora sobre solución cuproalcalina. Aplicable a vinos blancos y tintos de color no muy intenso.

7(a).2. Material y aparatos.

7(a).2.1. Erlenmeyer de 300 ml con refrigerante de reflujo.

7(a).2.2. Filtro de vidrio G, con capa fina de amianto de fibra fina y lavado con agua hirviendo.

7(a).2.3. Kitasatos de 500 ml con frasco de seguridad intermedio.

7(a).3. *Reactivos.*

7(a).3.1. Solución de acetato neutro de plomo (aproximadamente saturada). Añadir a 250 g de acetato neutro de plomo agua caliente hasta 0,5 l y agitar hasta disolución completa.

7(a).3.2. Solución de NaOH, N.

7(a).3.3. Carbonato de calcio.

7(a).3.4. Solución cúprica A. Mezclar 40 g de sulfato de cobre puro $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ con 2 ml de ácido sulfúrico puro y añadir agua hasta 1 l.

7(a).3.5. Solución tártrico-alcalina B. Mezclar 200 g de tártrato sódico-potásico (sal de Seignette) $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ con 150 g de hidróxido sódico puro y añadir agua hasta 1 l.

7(a).3.6. Solución férrica C. Mezclar 50 g de sulfato férrico puro con 20 g de ácido sulfúrico puro y añadir agua hasta 1.000 mililitros. Comprobar esta solución poniendo en un vaso de vidrio 30 ml de solución C, 100 ml de agua destilada y una gota de ortofenantrolina ferrosa. La coloración amarillo-verdosa de esta mezcla debe virar a verde puro con una sola gota de permanganato 0,1 N. En caso contrario, añadir permanganato 0,1 N a la solución hasta conseguir el viraje descrito. Generalmente es necesario añadir 1-3 ml de MnO_2 0,10 N por l de solución C.

7(a).3.7. Solución de ortofenantrolina ferrosa. Mezclar 0,895 g de sulfato ferroso, 100 ml de agua y 1,485 g de ortofenantrolina.

7(a).3.8. Solución 0,1 N de permanganato potásico. Disolver 3,16 g de permanganato potásico puro en agua hasta 1 l. Comprobar esta solución por valoración con una solución de oxalato sódico.

7(a).4. *Procedimiento.*

7(a).4.1. Vinos secos.—Llevar 100 ml de vino a un matraz aforado de 125 ml, añadir (V-0,5) ml de solución de NaOH N, siendo V el volumen de solución N/10 utilizada para valorar la acidez total de 10 ml de vino, como en 20.4. Añadir agitando 5 ml de solución saturada de acetato de plomo y 1 g de carbonato de calcio, agitar varias veces y dejar sedimentar por lo menos 15 minutos, enrasar, con agua destilada, añadir 0,6 ml más de agua y filtrar.

7(a).4.2. Vinos dulces.—En un matraz aforado de 100 ml colocar un volumen de vino variable según su riqueza en azúcar. Para vinos dulces con masa volúmica comprendida entre 1,005 y 1,038, tomar 20 ml de líquido a analizar diluido al 20 por 100. Para vinos abocados con masa volúmica entre 0,997 y 1,006, tomar 20 ml de vino no diluido.

Añadir 0,5 g de carbonato de cal, unos 60 ml de agua y cantidad (0,5-2,0 ml) de solución saturada de acetato de plomo hasta el límite del enturbiamiento, agitar y dejar reposar durante 15 minutos por lo menos, agitando de cuando en cuando. Enrasar, añadir 0,2 ml más de agua y filtrar.

Un ml del filtrado corresponde a 0,04 ml de vino dulce y 0,20 mililitros de vino abocado.

En el erlenmeyer de 300 ml, poner 20 ml de solución cúprica A, 20 ml de solución tártrico-alcalina B, 20 ml de solución azucarada conteniendo de 10 a 100 mg de azúcar reductor. Hacer hervir con reflujo (o con la boca del matraz tapada con un pequeño embudo) durante 3 minutos, enfriar inmediatamente bajo una corriente de agua hasta refrigeración completa, dejar posar el óxido cuproso (inclinando el erlenmeyer en un cristallizador con algodón y descansando el cuello en el borde), filtrar después por el filtro G_3 con la capa de amianto, ayudando la filtración con la trompa de vacío. Tener la precaución de que, en lo posible, haya una capa de líquido sobre el precipitado adherido al fondo, tanto en el filtro como en el erlenmeyer, para evitar que se oxide. Lavar el precipitado del erlenmeyer con agua destilada hirviendo y verter en el filtro, repitiendo tres veces la operación, agitar cada vez con precaución de operar rápidamente para no dejar al descubierto el precipitado de óxido cuproso. Cambiar de Kitasato y proceder a la disolución del óxido cuproso, añadiendo primero al erlenmeyer unos 10 ml de solución C de sulfato férrico, que disuelve rápidamente el precipitado y verter la solución en el filtro. Disolver el precipitado que queda en el filtro, agitando con varilla de vidrio para facilitar la disolución. Repetir tres veces estas adiciones y lavar erlenmeyer y filtro cinco veces con unos 20 ml de agua fría cada vez.

Valorar el sulfato ferroso formado, que se encuentra en el líquido del Kitasato, con solución 0,1 N de permanganato potásico, añadiendo previamente una gota de solución de ortofenantrolina ferrosa. Dar por terminada la valoración cuando el color pase de verde-naranja a verde franco.

7(a).5. *Cálculo.*

La cantidad de azúcar contenida en la solución azucarada utilizada se obtiene en la tabla 7(a).I.

7(a).6. *Referencias.*

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A4, 8-10, 1969.
2. Jaulmes, P. «Analyse des vins», págs. 170-171, 1951.

TABLA 7(a).I

KMnO ₄ N/10 — ml	Azúcar invertida — mg	KMnO ₄ N/10 — ml	Azúcar invertida — mg
4,0	12,4	16,0	53,5
4,2	13,0	16,2	54,2
4,4	13,0	16,4	55,0
4,6	14,3	16,6	55,7
4,8	14,9	16,8	56,4
5,0	15,5	17,0	57,2
5,2	16,2	17,2	57,9
5,4	16,8	17,4	58,7
5,6	17,5	17,6	59,4
5,8	18,1	17,8	60,1
6,0	18,8	18,0	61,0
6,2	19,4	18,2	61,6
6,4	20,1	18,4	62,4
6,6	20,7	18,6	63,2
6,8	21,4	18,8	64,0
7,0	22,0	19,0	64,8
7,2	22,7	19,2	65,4
7,4	23,4	19,4	66,2
7,6	24,1	19,6	67,1
7,8	24,7	19,8	67,8
8,0	25,5	20,0	68,7
8,2	26,1	20,2	69,3
8,4	26,8	20,4	70,1
8,6	27,5	20,6	70,9
8,8	28,1	20,8	71,6
9,0	28,8	21,0	72,4
9,2	29,5	21,2	73,2
9,4	30,1	21,4	74,1
9,6	30,8	21,6	74,9
9,8	31,5	21,8	75,6
10,0	32,2	22,0	76,4
10,2	32,9	22,2	77,2
10,4	33,6	22,4	78,0
10,6	34,3	22,6	78,7
10,8	35,0	22,8	79,5
11,0	35,6	23,0	80,3
11,2	36,4	23,2	81,1
11,4	37,0	23,4	81,9
11,6	37,7	23,6	82,7
11,8	38,4	23,8	83,5
12,0	39,1	24,0	84,4
12,2	39,7	24,2	85,2
12,4	40,5	24,4	86,0
12,6	41,2	24,6	86,7
12,8	42,0	24,8	87,5
13,0	42,6	25,0	88,4
13,2	43,3	25,2	89,2
13,4	44,1	25,4	90,0
13,6	44,7	25,6	90,9
13,8	45,5	25,8	91,6
14,0	46,3	26,0	92,5
14,2	47,0	26,2	93,3
14,4	47,6	26,4	94,1
14,6	48,4	26,6	95,0
14,8	49,1	26,8	95,8
15,0	49,8	27,0	96,6
15,2	50,5	27,2	97,3
15,4	51,3	27,4	98,2
15,6	52,1	27,6	99,1
15,8	52,7	27,8	99,9

7(b). AZUCARES REDUCTORES

(Defecación mercúrica) (Provisional)

7(b).1. *Principio.*

Eliminación previa de todas las materias reductoras distintas de los azúcares por defecación con acetato de mercurio, y valoración por la acción reductora de los azúcares sobre la solución

cupro-alkalina. Aplicable a vinos jóvenes, de color intenso y ricos en azúcar, o cuando se va a realizar una valoración polarimétrica. Este método proporciona la menor pérdida de azúcares reductores.

7(b).2. Material y aparatos.

7(b).2.1. Aparato generador de ácido sulfhídrico. Filtrar el gas producido por la acción del ácido clorhídrico diluido sobre el sulfuro de hierro por paso a través de lana de vidrio y lavado en un frasco lavador con agua.

7(b).2.2. Dispositivo para eliminar el exceso de ácido sulfhídrico. Eliminar el ácido sulfhídrico en exceso después de la precipitación del exceso de mercurio, mediante aspiración conectada al tubo lateral de un Kitasato, en el que se encuentra el líquido a tratar. Tapar el matraz con un tapón atravesado por un tubo que se sumerge en el líquido. Humedecer el aire aspirado que entra en el tubo por barboteo en un matraz de un litro lleno hasta la mitad de agua.

7(b).3. Reactivos.

7(b).3.1. Solución mercuríca. Mezclar 240 g de óxido de mercurio con 240 ml de ácido acético puro y añadir agua hasta 1 l. Hervir hasta disolución completa, enfriar y añadir agua hasta un litro.

7(b).3.2. Solución de NaOH, aproximadamente 4 N. Esta solución debe poder neutralizar exactamente un volumen igual al suyo, de la solución de mercurio en presencia de fenoltaleína. Se debe comprobar esta correspondencia antes de su empleo, en particular si se observa un depósito en la solución mercuríca y si es necesario diluir la solución sódica.

7(b).3.3. Polvo de Zn. Para eliminar el exceso de mercurio.

7(b).3 (4, 5, 6, 7 y 8). Como 7(a).3 (4, 5, 6, 7 y 8).

7(b).4. Procedimiento.

7(b).4.1. Vinos secos y dulces, en los que se propone determinar el azúcar y la desviación polarimétrica. Colocar 100 ml de vino en una cápsula de 10-12 cm de diámetro y adicionar (V-0,5) ml de NaOH N, siendo V el volumen de NaOH N/10 empleado para valorar la acidez total de 10 ml de vino, como en 20.4. Evaporar en baño de agua hirviendo con corriente de aire caliente sobre la superficie del líquido, hasta reducir el volumen a 50 ml, aproximadamente. Llevar a un matraz de 100 ml, lavar tres veces la cápsula con agua, añadir 5 ml de solución mercuríca y, agitando, 5 ml de solución de hidróxido de sodio que se corresponde, volumen a volumen, con la mercuríca (solución de NaOH aproximadamente 4 N), dejar reaccionar 5 minutos por lo menos; añadir 2 ml de solución de acetato de mercurio y enrasar a 100 ml. Filtrar y recoger el filtrado en un Kitasato de 500 ml.

Tratar el filtrado con una corriente de ácido sulfhídrico para precipitar el mercurio en forma de sulfuro negro (este tratamiento puede detenerse cuando el precipitado tome color negro). Después se hace barbotar aire (previamente saturado de vapor de agua) a través del líquido, hasta que haya perdido todo su olor a sulfhídrico (5-10 minutos) y se filtra. Un ml del filtrado corresponde a 1 ml de vino. Este líquido se emplea sin dilución cuando se trata de vino seco o con unos 5 g/l de azúcar.

Con vino más rico en azúcar conviene diluir después del examen polarimétrico y antes del análisis químico.

7(b).4.2. Vinos secos y dulces en los que solamente se va a realizar el análisis del azúcar por el método químico y no por polarografía. Tomar 20 ml de vino sin diluir o diluido según norma anterior, añadir 20 ml de agua y 1 ml de solución de acetato de mercurio y añadir, agitando, 1 ml de la solución sódica.

Dejar actuar 5 minutos por lo menos, añadir 1 ml de solución mercuríca, enrasar con agua y filtrar. Tratar con ácido sulfhídrico y aire húmedo barbotando en la forma antes expuesta, y filtrar. Continuar como en 7(a).4 después de la defecación.

7(b).5. Observaciones.

En los análisis de azúcar por el método químico, para vinos no muy ricos en azúcar, en vez de eliminar el exceso de mercurio por el ácido sulfhídrico, es más práctico eliminarlo mediante la adición del polvo de cinc, de la siguiente forma: Añadir 1 g de polvo de Zn al líquido filtrado, agitar durante 2 horas de cuando en cuando, y filtrar.

7(b).6. Referencias.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A4, 6-8, 1969.
2. Jaulmes, P. «Analyse des vins», pág. 176, 1951.

8. GLICEROL

8.1. Principio.

El glicerol separado del vino, previa defecación, por extracción con acetona, se oxida con ácido periódico a formaldehído. La reacción coloreada del formaldehído con la floroglucina permite la determinación espectrofotométrica a 480 nm. La presencia de sorbitol y de manitol son causa de error en la determinación del glicerol.

8.2. Material y aparatos.

8.2.1. Aparato de destilación. Compuesto de las siguientes partes:

- 8.2.1.1. Matraz esférico de 500 ml.
- 8.2.1.2. Columna rectificadora.
- 8.2.1.3. Columna Widmer con camisa de aislamiento.
- 8.2.1.4. Termómetro con escala de 0-110° C.
- 8.2.1.5. Refrigerante.

8.2.2. Frascos con tapón esmerilado de 1 l y de 60 ml.

8.2.3. Matraz aforado de 50 ml.

8.2.4. Matraz aforado de 200 ml.

8.2.5. Matraces con tapón esmerilado de 60 ml.

8.2.6. Matraces aforados de 100 ml.

8.2.7. Kitasato o recipiente para vacío de 250 ml.

8.2.8. Filtro de porosidad número 4.

8.2.9. Filtros de papel Schleicher et Schull 1574 de 12,5 cm de diámetro o similar.

8.2.10. Espectrofotómetro con cubetas de 1 cm de espesor interior.

8.3. Reactivos.

8.3.1. Hidróxido de bario puro no pulverizado.

8.3.2. Arena lavada.

8.3.3. Acetona destilada.

8.3.4. Solución 1 N de hidróxido de sodio.

8.3.5. Piedra pómez.

8.3.6. Solución 1 N de ácido sulfúrico.

8.3.7. Solución 0,05 M de ácido periódico. En un matraz aforado de 1 l, introducir 11,5 g de periodato de potasio KIO_4 y aproximadamente unos 800 a 850 ml de agua destilada. Si la sal utilizada es $K_2H_4IO_6$ se pesan 15,2 g. Añadir en seguida 15 ml de ácido sulfúrico puro y calentar muy ligeramente en baño de agua hasta disolución completa. Enfriar a la temperatura ordinaria y llenar hasta volumen.

8.3.8. Solución de floroglucina 0,2 por 100. Esta solución debe ser renovada cada 15 días.

8.3.9. Solución madre de glicerol. Diluir unos 20 ml de glicerol bidestilado a 100 ml. Determinar después la concentración exacta de esta solución midiendo su índice de refracción, y después, por diluciones convenientes y sucesivas, llevar su concentración a 0,1 g por l.

8.4. Procedimiento.

Extraer los polioles y valorar el glicerol.

8.4.1. Separación de polioles.—Introducir en un matraz de 100 ml, de tapón esmerilado, 5 g de hidróxido de bario no pulverizado, 5 g de arena lavada y 10 ml de vino, que se deja deslizar por la pared del matraz.

Si el vino contiene más de 120 g de azúcar por litro, se opera sólo con 5 ml.

Agitar enérgicamente durante 30 segundos y dejar en reposo, agitando de cuando en cuando. Añadir después 50 ml de acetona y agitar otra vez durante 30 segundos. Llevar el matraz a un termostato a 45° C durante 5 minutos, agitando enérgicamente cada minuto.

Filtrar la solución caliente por un crisol filtrante de porosidad número 4 dispuesto sobre Kitasato de vidrio en el que se han puesto 40 ml de agua y 5 ml de solución 1 N de hidróxido de sodio. Lavar el residuo tres veces con acetona, removiendo el precipitado con una espátula. Escurrir después el precipitado lo más posible. Trasvasar después este precipitado al matraz del aparato destilador, enjuagando bien el Kitasato con acetona.

Destilar la acetona con llama fuerte, hasta que el termómetro marque 100° C, y destilar después 20 ml más de agua.

Añadir el residuo de la destilación aún caliente, 5 ml de ácido sulfúrico 1 N, dejar enfriar y trasvasar a matraz aforado de 50 ml. Se enrasa con las aguas de lavado del matraz, agitar y filtrar por filtro de papel.

8.4.2. Valoración del glicerol.—Esta operación hay que realizarla antes de las 2 ó 3 horas siguientes a la separación de los polioles.

Llevar una alícuota de 5 ml del filtrado anterior a matraz aforado de 100 ml y enrasar con agua destilada.

Introducir 20 ml de esta dilución en un matraz de 60 ml con tapón esmerilado. Añadir 10 ml de solución 0,05 M de ácido periódico. Agitar y dejar en reposo 5 minutos.

Añadir después sucesiva y rápidamente, deslizando a lo largo de la pared, las siguientes soluciones: 10 ml de solución N de hidróxido de sodio y 10 ml de solución de floroglucina. Agitar después de la adición de cada una de las soluciones.

Llevar rápidamente la mezcla de soluciones a la cubeta del espectrofotómetro y medir la absorbancia a 480 nm en un minuto, porque la coloración violeta que se obtiene es muy fugaz.

Ajustar el espectrofotómetro de forma que la solución obtenida, al sustituir en las operaciones anteriores los 5 ml de filtrado por 5 ml de agua destilada, dé una densidad óptica 0.

8.4.3. Obtención de la curva patrón.—Diluir 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175 ml de solución inicial de glicerol de 0,1 g por l, a 200 mililitros.

Tomar después 20 ml de cada una de estas diluciones y 20 ml de la solución inicial, y llevar a frascos de 60 ml con tapón esmerilado y tratar como en 8.4.2 para los 20 ml de la dilución del filtrado. Medir después las densidades ópticas correspondientes, ajustando el espectrofotómetro como en 8.4.2.

Esta escala corresponde a riquezas en glicerol en 0,2 ml de vino, que varían de 0 a 2 mg.

8.5. Cálculo.

Calcular el contenido en glicerol expresado en g/l.

$$\text{Glicerol} = 50 \frac{P}{V} \cdot f \text{ g/l}$$

P = peso en g de glicerol obtenido de la curva patrón.

V = volumen en ml de la muestra de vino.

f = 1 para contenido de azúcar en vinos inferiores a 5 g/l.

f = valor del factor de corrección según la tabla 8.1 para contenidos de azúcar en vinos superiores a 5 g/l.

8.6. Referencia.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A21, 1-9, 1969.

TABLA 8.1

FACTORES DE CORRECCION PARA EL CONTENIDO EN GLICEROL DE VINOS QUE CONTENGAN AZUCARES

Contenido en azúcar g/l	Factor	Contenido en azúcar g/l	Factor
5	1,020	80	1,123
10	1,030	90	1,134
20	1,045	100	1,145
30	1,060	110	1,156
40	1,073	120	1,168
50	1,086	130	1,180
60	1,099	140	1,191
70	1,111	150	1,202

9. 2-3 BUTANODIOL

9.1. Principio.

El 2-3 butanodiol separado del vino, previa defecación, por extracción con acetona, se oxida con ácido periódico a acetal-

dehído. La reacción coloreada del acetaldehído con el nitroprusiato de sodio y la piperidina permite la determinación espectrofotométrica a 570 nm.

9.2. Material y aparatos.

9.2. (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 y 10), como 8.2. (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 y 10).

9.3. Reactivos.

9.3. (1, 2, 3, 4, 5, 6 y 7), como 8.3. (1, 2, 3, 4, 5, 6 y 7).

9.3.8. Solución de acetato sódico al 27 por 100.

9.3.9. Solución de nitroprusiato de sodio al 2 por 100. Conservar en la oscuridad y renovar semanalmente.

9.3.10. Solución de piperidina al 10 por 100. Renovar cada 15 días.

9.3.11. Solución madre de 2-3 butanodiol. Utilizar 2-3 butanodiol rectificado, desechando el primero y el último tercio. Pesar con exactitud 2 g y disolverlos en 1.000 ml. Diluir esta solución hasta 1/10.

9.4. Procedimiento.

Extraer los polioles y valorar el 2-3 butanodiol.

9.4.1. Separación de polioles.—Como en 8.4.1.

9.4.2. Valoración del 2-3 butanodiol.—Esta operación hay que realizarla antes de las 2 ó 3 horas siguientes a la separación de los polioles.

Llevar a un matraz de 60 ml con tapón esmerilado 5 ml del filtrado, 5 ml de solución de acetato de sodio al 27 por 100 y 10 ml de solución 0,05 M de ácido periódico.

Agitar y dejar 2 minutos en contacto. Añadir deslizando por las paredes del frasco: 5 ml de solución de nitroprusiato de sodio al 2 por 100 y 5 ml de la solución de piperidina al 10 por 100. Agitar después de la adición de cada una de las soluciones. Llevar inmediatamente la solución a la cubeta de 1 centímetro y hacer la lectura en el espectrofotómetro a 570 nm. La coloración violeta que se obtiene con la reacción alcanza el máximo de intensidad a los 30-40 segundos y después disminuye rápidamente.

Ajustar el espectrofotómetro de forma que la solución obtenida al sustituir en las operaciones anteriores los 5 ml de filtrado por 5 ml de agua destilada de una densidad óptica 0.

9.4.3. Obtención de la curva patrón.—Diluir 10, 20, 30, 40, 50, 60 y 70 ml de la solución inicial hasta 100 ml. Tomar 5 ml de cada una de estas diluciones y tratarlas como en 9.4.2 para los 5 ml del filtrado inicial. Determinar inmediatamente las densidades ópticas máximas correspondientes, ajustando el espectrofotómetro como en 8.4.2.

Esta curva proporciona valores de contenido en 2-3 butanodiol en 5 ml de vino que varían de 0 a 0,7 mg.

9.5. Cálculo.

9.5.1. Vinos con contenidos en azúcar inferior a 5 g/l.—La cantidad de 2-3 butanodiol en g/l de vino es igual a la cantidad de 2-3 butanodiol en mg contenido en 5 ml del filtrado.

9.5.2. Vinos cuyo contenido en azúcar está comprendido entre 5 y 120 g/l.

La cantidad calculada según 9.5.1 se corrige sumando o restando el factor encontrado en la tabla 9.1.

9.5.3. Vinos con contenidos en azúcar superiores a 120 g/l.—(La defecación se realiza sobre 5 ml de vino). La cantidad calculada según 9.5.1 se corrige como en 9.5.2, utilizando sólo la mitad del contenido en azúcar. El resultado multiplicado por 2 es el contenido en 2-3 butanodiol en g/l de vino.

9.6. Referencia.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A21, 1-9, 1969.

TABLA 91
Correcciones a realizar para expresar el contenido en 2-3 butanodiol de vinos con azúcares

Butanodiol g/l	Contenido en azúcar, g/l														
	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100	110	120	130	140	150
0-0,2	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035
0,3	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03
0,4	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,02	-0,02	-0,02	-0,02	-0,02
0,5	-0,03	-0,03	-0,03	-0,03	-0,02	-0,02	-0,02	-0,02	-0,02	-0,02	-0,02	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01
0,6	-0,03	-0,03	-0,02	-0,02	-0,02	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	0,00	0,00	0,00	0,00
0,7	-0,03	-0,02	-0,02	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01
0,8	-0,03	-0,02	-0,02	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	0,00	0,00	0,01	0,01	0,01
0,9	-0,02	-0,02	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	0,00	0,00	0,01	0,01	0,02
1,0	-0,02	-0,01	0,00	0,00	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02	0,03	0,03
1,1	-0,01	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,02	0,02	0,03	0,03	0,04	0,04	0,05	0,05	0,05
1,2	-0,01	0,00	0,00	0,01	0,02	0,03	0,03	0,04	0,05	0,05	0,05	0,06	0,07	0,07	0,08
1,3	-0,01	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,05	0,06	0,07	0,07	0,08	0,09	0,09	0,10
1,4	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,09	0,10	0,11	0,11	0,12
1,5	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10	0,11	0,12	0,13	0,14
1,6	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10	0,11	0,12	0,13	0,14	0,15
1,7	0,01	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10	0,11	0,12	0,13	0,14	0,15	0,16
1,8	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10	0,11	0,12	0,13	0,14	0,15	0,16
1,9	0,02	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10	0,11	0,12	0,13	0,14	0,15	0,16	0,17
2,0	0,02	0,04	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10	0,11	0,12	0,13	0,14	0,15	0,16	0,17	0,18

10(a). SACAROSA

(Método cualitativo colorimétrico)

10(a).1. Principio.

El vino se defeca por acetato de plomo, magnesio y permanganato de potasio a pH = 8-9. Se trata el defecado a 100° C con difenilamina en medio clorhídrico y acético. El producto de condensación obtenido en presencia de sacarosa se extrae por cloroformo que se colorea de azul.

10(a).2. Material y aparatos.

10(a).2.1. Baño de agua con temperatura controlada.

10(a).3. Reactivos.

10(a).3.1. Acetato neutro de plomo cristalizado.

10(a).3.2. Oxido de magnesio, pesado en polvo.

10(a).3.3. Solución de permanganato potásico al 2 por 100.

10(a).3.4. Cloroformo.

10(a).3.5. Reactivo de difenilamina. A 10 ml de solución de difenilamina al 10 por 100 en alcohol etílico absoluto, añadir 20 ml de ácido acético glacial y 70 ml de ClH puro (d = 1,18-1,19).

Para comprobar la pureza de este reactivo añadir 2 ml de reactivo de difenilamina y 2 ml de agua destilada, calentar en baño de agua hirviendo durante 5 minutos. Enfriar la solución bruscamente por inmersión en agua fría y extraer con 1 ml de cloroformo, no debiendo presentar el líquido extraído coloración azul.

10(a).4. Procedimiento.

Disolver en 10 ml de agua 100 a 200 mg de óxido de magnesio y unos 200 mg de acetato neutro de plomo. Llevar al baño de agua que se mantiene a 90-95° C durante 3 a 5 minutos. Añadir 2 ml del vino que debe estar limpio y con una riqueza en azúcar inferior al 1 por 100.

Diluir la muestra si la riqueza en azúcar es superior a la indicada como límite.

Comprobar si la dosis de acetato de plomo es suficiente y no excesiva, lo que disminuiría la sensibilidad de la reacción. Para ello añadir gota a gota, al líquido que sobrenada, una solución concentrada de acetato neutro de plomo, hasta que no se acuse enturbiamiento al caer la gota sobre el líquido. Añadir entonces solución saturada de sulfato de sodio para eliminar el exceso de plomo.

Añadir 0,5 ml de la solución de permanganato potásico y mantener la mezcla en el baño de agua a 90-95° durante 10 minutos.

Enfriar bruscamente por inmersión en agua fría, y filtrar.

Puede aparecer una débil coloración amarilla, pero no influye en la reacción.

Poner en un tubo de ensayo 2 ml del líquido filtrado, añadir 2 ml del reactivo de difenilamina; mantener en baño de agua hirviendo, durante 5 minutos exactamente. Enfriar por inmersión en agua fría, añadir 1 ml de cloroformo y observar la coloración que se forma.

10(a).5. Expresión de los resultados.

Los vinos secos no adicionados con sacarosa pueden dar una coloración gris-azulada muy ligera, pero, en presencia de sacarosa, aparece una franca coloración azul.

Los vinos ricos en azúcar dan una coloración amarillo oro en ausencia de sacarosa, pero en presencia de ésta, la coloración es verde franco.

Los resultados son sensibles para riquezas de sacarosa desde 0,2 mg.

10(a).6. Referencia.

I. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A-5, 1-2. 1969.

10(b). SÁCAROSA

(Método cuantitativo)

10(b).1. Principio.

La sacarosa se determina por la diferencia de los poderes reductores antes y después de la hidrólisis clorhídrica del líquido procedente de la defecación del vino.

10(b).2. Reactivos.

10(b).2.1. ClH puro.

10(b).3. Procedimiento.

Poner en dos matraces erlenmeyer de 200 ml cada uno el mismo volumen del líquido de defecación, según las normas

indicadas para el análisis de azúcares. La defecación se realiza como en 7(b) con eliminación previa del alcohol.

Añadir a cada matraz un volumen de ácido clorhídrico puro a razón de 0,3 ml por 10 ml de líquido azucarado.

En uno de los matraces añadir inmediatamente 0,3 ml de Na (OH), 12 N, por cada 10 ml de líquido azucarado procediendo a la valoración de los azúcares reductores.

Llevar el otro matraz con el contenido sin neutralizar a baño de agua hirviendo durante 2 minutos. Añadir entonces el mismo volumen de Na (OH), 12 N que al otro matraz y valorar.

10(b).4. Cálculo.

La diferencia entre las cantidades de azúcares reductores encontrada en los resultados de estas dos valoraciones, multiplicada por 0,95 da la riqueza en sacarosa de la muestra en estudio.

Este resultado se expresa en g por l de vino, teniendo presentes las diluciones efectuadas eventualmente en el curso de la defecación y del volumen de la muestra de vino que se sometió a la defecación.

10(b).5. Referencia.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O.I.V. A5, 4, 1969.

11. CENIZAS

11.1. Principio.

Se denominan cenizas de un vino, al conjunto de los productos de incineración del residuo de evaporación de un volumen conocido del vino, realizada de manera que se puedan obtener todos los cationes (excepto amonio) en forma de carbonatos y otras sales minerales anhidras.

11.2. Material y aparatos.

- 11.2.1. Horno eléctrico regulable.
- 11.2.2. Baño de agua y baño de arena.
- 11.2.3. Lámpara de infrarrojo.
- 11.2.4. Cápsula de platino o de cuarzo de 70 mm de diámetro y 25 mm de altura, fondo plano.

11.3. Procedimiento.

Colocar 20 ml de vino en una cápsula tarada en balanza que aprecie 1/10 de mg. Evaporar con precaución en baño de agua, después de evaporar hasta consistencia siruposa, continuar el calentamiento sobre baño de arena con moderación y durante una media hora. Es conveniente ayudar a la evaporación con la aplicación de rayos infrarrojos hasta carbonización. Cuando ya no se desprendan vapores, llevar la cápsula al horno eléctrico a $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}$ y con aireación continua.

Después de 5 minutos de carbonización completa, sacar la cápsula del horno, dejar enfriar y añadir 5 ml de agua que se evaporan en baño de agua, y llevar de nuevo al horno a 525°C .

Si la combustión de las partes carbonosas no se consigue en 15 minutos, volver a comenzar la operación de adición de agua, evaporación y recalcinación.

Cuando se trate de un vino rico en azúcares, se recomienda adicionar unas gotas de aceite puro vegetal al extracto, antes de comenzar la calcinación para impedir el desbordamiento de la masa del contenido. La duración de la primera carbonización deberá ser en este caso 15 minutos.

Después de enfriar en el desecador cápsula y cenizas, se pesan.

11.4. Cálculo.

Calcular el contenido en cenizas expresado en g/l.

$$\text{Cenizas} = 50 P \text{ g/l}$$

P = peso en g de las cenizas contenidas en 20 ml de vino.

Dar los resultados con una aproximación de 0,03 g/l.

11.5. Referencias.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A6, 1, 1969.
2. «Métodos Oficiales de Análisis de Vinos», pág. 106. Ministerio de Agricultura, 1956.

12. ALCALINIDAD DE CENIZAS

12.1. Principio.

Se denomina alcalinidad total de cenizas la suma de los cationes, diferentes del amonio, combinados con los ácidos orgánicos del vino.

La valoración se funda en la volumetría con ácido sulfúrico, valorando en retorno después de disolver en el mismo y en caliente, las cenizas, y empleando el naranja de metilo como indicador.

12.2. Material y aparatos.

- 12.2.1. Baño de agua.
- 12.2.2. Pipeta de 10 ml.
- 12.2.3. Varilla de vidrio.
- 12.2.4. Bureta de valoraciones.

12.3. Reactivos.

- 12.3.1. Acido sulfúrico N/10.
- 12.3.2. Solución acuosa de naranja de metilo al 1 por 1.000.
- 12.3.3. Hidróxido-sódico N/10.

12.4. Procedimiento.

Añadir a las cenizas ya pesadas, 10 ml de ácido sulfúrico N/10 y llevar la cápsula a un baño de agua hirviendo durante un cuarto de hora, frotando varias veces el fondo de la cápsula con una varilla de vidrio para activar la disolución de las partículas difíciles de disolver. Añadir en seguida dos gotas de una solución de naranja de metilo al 1 por 1.000 y valorar el exceso de SO_3H_2 con Na(OH) N/10, hasta que el indicador vire a amarillo.

12.5. Cálculo.

Calcular la alcalinidad de las cenizas expresadas en meq/l o en g/l de carbonato potásico.

$$\text{Alcalinidad de las cenizas} = 5 (10 - V) \text{ meq/l}$$

Alcalinidad de las cenizas = 0,345 (10 - V) g/l de carbonato potásico.

V = volumen en ml de NaOH N/10 utilizados.

Dar los resultados con una aproximación de 0,5 g por l en carbonato potásico.

12.6. Referencia.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A7, 1-2, 1969.

13. FOSFATOS

13.1. Principio.

Oxidación del vino, evaporación e incineración. Precipitación del ácido fosfórico en medio nítrico al estado de fosfomolibdato de amonio. Esta sal se disuelve por acción de un exceso de sosa N/2 en presencia de formol. Valoración del exceso de sosa por ácido clorhídrico N/2 en presencia de fenoltaleína.

13.2. Material y aparatos.

- 13.2.1. Cápsula de sílice de 70 mm de diámetro.
- 13.2.2. Baño de arena.
- 13.2.3. Horno de mufla.
- 13.2.4. Erlenmeyer de 500 ml.
- 13.2.5. Vasos de precipitado y elementos para volumetría.
- 13.2.6. Agitador mecánico.

13.3. Reactivos.

- 13.3.1. Solución de ácido nítrico al 25 por 100 (d = 1,153). Añadir a 440 ml de ácido nítrico comercial (d = 1,33) agua hasta 1.000 ml.
- 13.3.2. Solución de nitrato amónico. Añadir, a 340 g de nitrato de amonio, agua hasta 1.000 ml.
- 13.3.3. Solución de molibdato de amonio. Añadir, a 30 g de molibdato de amonio, agua hasta 1.000 ml.
- 13.3.4. Solución de lavado. 50 g de nitrato de amino, 40 ml de ácido nítrico al 25 por 100 y agua destilada hasta 1 l.

13.4. Procedimiento.

Evaporar a sequedad 100 ml de vino en cápsula de cuarzo en sucesivas adiciones. Añadir después 4 ml de ácido nítrico y calentar progresivamente en el baño de arena y después en el horno de mufla.

Añadir a las cenizas 2 ml de ácido nítrico y evaporar a sequedad en el baño de agua para insolubilizar la sílice. Añadir 10 ml de ácido nítrico al 25 por 100; remover y arrastrar las cenizas a un filtro; lavar la cápsula y filtro con 5 ml del mismo ácido y después con 20-30 ml de agua destilada. Recoger el filtrado en un erlenmeyer de unos 500 ml, adicionar 25 ml de solución de nitrato de amonio de 340 g por l y agitar.

Después añadir de una vez 80 ml de solución de molibdato amónico del 3 por 100 y agitar mecánicamente durante 12 mi-

nutos a razón de 200 sacudidas por minuto. Decantar y filtrar por papel. Lavar luego el precipitado con 75 ml de líquido de lavado dos veces. Cada lavado no debe durar más de 10 minutos. Lavar 8 veces más con agua destilada.

Colocar el filtro y el precipitado en un vaso con 50 ml de Na(OH) N/2. Añadir 12,5 ml de formol neutralizado en presencia de fenoltaleína, para disolver el precipitado de fosfomolibdato. Escurrir el filtro y extender sobre la pared del vaso, por encima del líquido de la solución. Valorar el exceso de sosa con ClH N/2, hasta decoloración de la fenoltaleína, habiendo sumergido al final nuevamente el filtro.

13.5. Cálculo.

Calcular el contenido en fosfatos expresado en meq de ácido fosfórico (considerado como triácido), o en g de P_2O_5 por l de vino.

Fosfatos = $0,577 (50 - V)$ meq de ácido fosfórico.
Fosfatos = $0,01385 (50 - V)$ g de P_2O_5 por l de vino.
V = volumen en ml de solución N/2 de ácido clorhídrico.

Dar los resultados con una aproximación de 0,01 g/l.

13.6. Referencia.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A16, 1-2 1969.

14. CALCIO

(Método complexométrico)

14.1. Principio.

Valoración del calcio por complexometría sobre la solución nítrica o clorhídrica de las cenizas del vino.

14.2. Material y aparatos.

- 14.2 (1, 2, 3 y 4) como 11.2 (1, 2, 3 y 4).
- 14.2.5. Matraces erlenmeyer de 1.000 ml.
- 14.2.6. Matraces erlenmeyer de 100 ml.

14.3. Reactivos.

- 14.3.1. Acido clorhídrico 0,2 N.
- 14.3.2. Solución de complexona III 0,05 M. Añadir a 18,61 g de complexona III (sal disódica bihidratada del ácido etilendiamino-tetracético) agua destilada hasta 1.000 ml y disolver.
- 14.3.3. Lejía de sosa al 40 por 100. Añadir a 40 g de hidróxido de sodio puro agua destilada hasta 100 ml.
- 14.3.4. Indicador de calcon. Mezclar 1 g de calcon (sal sódica del ácido 1(2 hidroxil-naltiazol)2 naftol-4 sulfónico) con 100 g de cloruro de sodio puro.
- 14.3.5. Solución de cloruro de calcio 0,05 M. Disolver 5,05 g de carbonato de cal puro en la cantidad necesaria de ácido clorhídrico diluido y completar a 1 litro. Valorar esta solución por medio de solución 0,05 M de complexona III en presencia de calcon en la forma que luego se describe.

14.4. Procedimiento.

Evaporar a sequedad en baño de agua hirviendo 50 ml de vino colocados en cápsulas preferentemente de platino. Incinerar el residuo como en 11. Disolver las cenizas en 10 ml de ClH 0,2 N, llevar a un matraz aforado de 50 ml; lavar varias veces la cápsula con agua destilada vertiéndola en el matraz. Enrasar y agitar.

Tomar 20 ml de la solución de cenizas y calentar hasta ebullición, en un erlenmeyer de unos 100 ml. Dejar enfriar y después añadir 0,5 ml de solución de Na(OH) al 40 por 100, 10 ml de solución de complexona III 0,05 M y 100 mg aproximadamente de indicador calcon.

Si el color de la mezcla es rojo-vinoso, añadir complexona en exceso hasta aparición de color azul-violeta.

Evitar una cantidad de complexona en exceso relativamente grande, que enmascara el punto de viraje.

Valorar el exceso de complexona III añadiendo solución 0,05 M de cloruro de calcio. El indicador calcon virará de azul violeta a rojo vinoso al final de la reacción.

14.5. Cálculo.

Calcular el contenido en calcio como iones Ca en meq/l, o como iones Ca expresados en g/l.

Calcio = $(10 - V) 5$ meq/l de ion Ca.
Calcio = $(10 - V) 0,1$ g/l de ion Ca.
V = volumen en ml de la solución 0,05 M de cloruro de cal.

14.6. Referencias.

1. Castino, M. «Determinazione complessometrica del Calcio o del Magnesio nei vini». Rivista di Viticoltura e di Enologia di Conegliano, 9, 1960.
2. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A26, 2-3, 1969.

15. MAGNESIO

15.1. Principio.

Valoración del magnesio por complexometría sobre la solución nítrica o clorhídrica de las cenizas del vino.

15.2. Material y aparatos.

- 15.2 (1, 2, 3 y 4), como 11.2 (1, 2, 3 y 4).
- 15.2 (5 y 6), como en 14.2 (5 y 6).

15.3. Reactivos.

- 15.3.1. Solución de complexona III 0,05 M. Como en 14.3.2.
- 15.3.2. Solución tampón de pH 10. Disolver 50 g de cloruro de amonio en 350 g de solución de amoniaco al 25 por 100 y añadir agua destilada hasta 1.000 ml.
- 15.3.3. Indicador negro de eriocromo T. Mezclar 1 g de negro de eriocromo T, con 100 g de cloruro de sodio puro.
- 15.3.4. Solución 0,05 M de cloruro de magnesio. Disolver 2,25 g de óxido de magnesio puro (*) en la cantidad necesaria de ácido clorhídrico diluido y llevar después el volumen a 1 litro. Valorar esta solución con complexona III 0,05 M (15.3.1) en presencia de negro de eriocromo T (15.3.3) como se indica a continuación.

15.4. Procedimiento.

Tomar 20 ml de la solución de cenizas antes preparada, llevar a ebullición en un erlenmeyer de unos 100 ml, dejar enfriar y añadir 10 ml de solución de complexona III 0,05 M, 5 ml de solución tampón pH 10,50 mg aproximadamente de indicador negro de eriocromo T.

Valorar después el exceso de complexona III con la solución de cloruro de magnesio 0,05 M. El indicador vira del azul al rojo vinoso.

15.5. Cálculo.

Calcular el contenido en magnesio expresado en meq/l o en g/l de iones Mg.

Magnesio = $(V - V') \times 5$ meq/l.
Magnesio = $(V - V') \times 0,06075$ g/l de iones Mg.
V = volumen en ml de solución 0,05 M de cloruro de calcio utilizado para valorar el exceso de complexona III en la determinación del calcio (14.4).
V' = volumen en ml de solución de cloruro de magnesio 0,05 M.

15.6. Referencias.

1. Castino, M. «Determinazione complessometrica del Calcio o del Magnesio nei vini». Rivista di Viticoltura e di Enologia di Conegliano, 9, 1960.
2. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V., A26, 2-3, 1969.

16. HIERRO

(Método colorimétrico del tiocianato)

16.1. Principio.

El hierro oxidado por el agua oxigenada se combina con el ion tiocianato en medio clorhídrico. El color rojo se compara con escala patrón o se mide por espectrofotometría. Para los vinos tintos, el tiocianato férrico se extrae con éter. Para valorar solamente el hierro trivalente, se suprime la adición del agua oxigenada.

16.2. Material y aparatos.

- 16.2.1. Espectrofotómetro o colorímetro para lectura a 508 nm de longitud de onda.
- 16.2.2. Tubos de 200 x 20 mm.
- 16.2.3. Bola de decantación de 50 ml.

(*) El óxido de magnesio del comercio está generalmente carbonatado, aun puro, por lo que debe calcinarse. Tomar 5 g en cápsulas de platino; llevar al rojo durante más de 30 minutos. Dejar enfriar y pesar los 2,25 g.

16.3. *Reactivos.*

- 16.3.1. Ácido clorhídrico puro. Densidad: 1,18-1,19.
 16.3.2. Agua oxigenada de 10 volúmenes.
 16.3.3. Éter exento de peróxido. Destilar el éter (sulfúrico) antes de su empleo o bien mantener el éter en presencia de sodio o de carbón activado o con bióxido de manganeso.
 16.3.4. Solución de tiocianato de potasio. Añadir a 200 g de tiocianato de potasio agua destilada hasta 1 litro, y disolver.
 16.3.5. Solución de cloruro férrico de 0,1 g de hierro por litro. Disolver 0,1 g de hierro puro en 10 ml de ClH y 30 ml de agua. Añadir 1 ml de NO_2H y hervir. Enfriar y añadir agua destilada hasta 1 litro.

También puede prepararse la siguiente solución de hierro. Disolver 0,863 g de alumbre de hierro, 0,863 g de amonio puro y 10 ml de ácido clorhídrico en 100 ml de agua y diluir hasta 1.000 ml.

16.3.6. Alcohol de 20°.

16.4. *Procedimiento.*

16.4.1. Determinación del hierro total.—(Férrico + ferroso).
 16.4.1.1. Vinos blancos o poco coloreados.—Colocar 10 ml de vino en un tubo de 200 × 20 mm, añadir 1 ml de ClH, 5 gotas de agua oxigenada y 1 ml de solución de tiocianato.

A la aparición del color añadir 20 ml de éter, agitar para mezclar las dos fases sin emulsionar y dejar decantar 5 minutos. Determinar la absorbancia del líquido decantado en espectrofotómetro o colorímetro a 508 nm.

Ajustar el espectrofotómetro a cero, utilizando como prueba en blanco 10 ml de vino acidulados con 1 ml de ácido clorhídrico y diluidos con 1 ml de agua destilada. De esta forma se compensa la influencia del color del vino y de la posible aparición de color o del reavivado del vino, ambas coloraciones debidas a la acidez añadida al vino.

Obtener una curva, procediendo en la forma anteriormente descrita y utilizando en vez de 10 ml de vino mezclas de 5 ml de alcohol de 20° y porciones de 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 ml, completadas hasta 5 ml con agua destilada. Estas mezclas contendrán, respectivamente, 5, 10, 15, 20 y 25 mg/l de hierro.

16.4.1.2. Vinos tintos.—Como en 16.4.1.1, pero utilizando sólo 0,2 ml de ClH. El exceso de acidez dificulta la extracción del tiocianato férrico por el éter.

16.4.2. Determinación del hierro trivalente.—Como en 16.4.1, pero sin adicionar agua oxigenada.

16.5. *Cálculo.*

Calcular el contenido en hierro expresado en mg/l por comparación de la absorbancia con la curva patrón.

16.6. *Observaciones.*

En lugar del éter algunos autores (2) recomiendan el empleo del acetato de etilo, que no tiene el inconveniente de la posible presencia de peróxidos; sin embargo, en algunos vinos de intenso color de nuestro país se ha observado extracción de parte de la materia colorante con el acetato de etilo, lo que no sucede con el éter.

16.7. *Referencias.*

- Ribereau-Gayon, J., y Peynaud, E. «Analyse et Contrôle dens Vins», pág. 194, 1958.
- Jaulmes, P.; Brun, S.; Tour, C.; Cabanis, J. C. «Dosage direct du fer dans le vins». Société Pharmacie Montpellier, 24: 2, 1964.

17. COBRE

17.1. *Principio.*

El ditiocarbamato de sodio reacciona con el cobre (reacción de Delepine), dando la sal correspondiente a este metal y coloración amarilla oro, cuya intensidad se mide por colorimetría o espectrofotometría.

Para evitar interferencias debidas a la presencia de hierro y otros cationes polivalentes presentes en el vino se emplea la sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético, que forma complejos solubles y muy estables a pH = 8. También puede utilizarse el citrato de amonio para evitar la interferencia del hierro.

17.2. *Material y aparatos.*

17.2.1. Espectrofotómetro o colorímetro con filtro para longitud de onda de 420 nm.

17.2.2. Bola de decantación de unos 100 ml.

17.3. *Reactivos.*

17.3.1. Solución acuosa al 0,1 por 100 de dietilditiocarbamato de sodio.

17.3.2. Suspensión de sal bisódica del ácido etilendiaminotetraacético al 20 por 100, o bien solución acuosa del citrato de amonio al 20 por 100.

17.3.3. Solución amoniácica al 15 por 100.

17.3.4. Alcohol metílico.

17.3.5. Tetracloruro de carbono.

17.3.6. Agua bidestilada en vidrio. Utilizarla también para la preparación de reactivos.

17.4. *Procedimiento.*

Poner en una bola de decantación 10 ml del vino, añadir 5 ml de una suspensión de la sal bisódica del ácido etilendiaminotetraacético (6 5 ml de solución de citrato amónico) y llevar a pH 8 con la solución amoniácica. Añadir 1 ml de reactivo de dietilditiocarbamato de sodio y 5 ml de alcohol metílico (para evitar emulsión), y agitar durante 1 minuto.

Extraer varias veces con tetracloruro de carbono (agitando cada vez durante 1 minuto) hasta recoger 20 ml, cuidando que no pasen restos de agua, pues éstos dan enturbiamiento con el tetracloruro de carbono. Si pasa alguna gota, filtrar por papel de filtro puro, quedando las trazas de agua en el papel.

Determinar la absorbancia en el espectrofotómetro a 420 nm de longitud de onda.

Para la prueba en blanco utilizar los mismos reactivos en las mismas proporciones, sustituyendo el volumen de vino por otro igual de agua bidestilada en aparato de vidrio.

La curva que previamente será construida a partir de lecturas correspondientes a escala de diferentes riquezas de cobre es una línea recta, por obedecer a la ley de Lambert-Beer. En el intervalo en que se opera con 1 ml de reactivo pueden valorarse 10 p. p. m. de cobre; para valores superiores, se añadirán 2 ml o se toma menor volumen de muestra.

17.5. *Cálculo.*

El valor obtenido para la absorbancia a 420 nm se lleva a la curva patrón y se expresa el correspondiente contenido en cobre en p. p. m.

17.6. *Referencia.*

- Caroglio, P. G., y Stella, C. «Methodi ufficiali di analisi per i mosti, i vini e gli aceti», pág. 75, 1958.

18. POTASIO
(Fotometría de llama)18.1. *Principio.*

Se utiliza una solución de referencia con 100 mg de potasio por litro y con diversos aniones, cationes y materia orgánica en proporciones tales que den un compuesto similar a un vino diluido a 1/10 con agua.

18.2. *Material y aparatos.*

18.2.1. Fotómetro de llama y accesorios.

18.2.2. Pipetas de 10 ml.

18.2.3. Matraces aforados de 1.000 ml.

18.3. *Reactivos.*

18.3.1. Solución de referencia.—Disolver 481,3 mg de tartrato ácido de potasio en 500 ml de agua muy caliente y mezclar con una solución de 10 ml de alcohol, 700 mg de ácido cítrico, 300 mg de azúcar, 1.000 mg de glicerol, 20 mg de fosfato monosódico, 10 mg de cloruro de calcio seco y 10 mg de cloruro de magnesio seco en 400 ml de agua. Completar con agua hasta 1.000 ml.

Añadir dos gotas de isotiocianato de alilo para conservación más segura de la solución.

18.3.2. Solución de dilución.—Igual que la anterior, cambiando el tartrato ácido de potasio por 383 mg de ácido tártrico.

Para preparar la solución de referencia, comenzar por disolver 481,3 mg de tartrato ácido de potasio en medio litro de agua muy caliente y mezclar esta solución con los otros componentes, previamente disueltos en 400 ml de agua; enrasar después a 1 litro exactamente.

Para la conservación más segura de esta solución se añaden 2 gotas de isotiocianato de alilo.

Con vinos dulces, añadir una cantidad de azúcar igual a la décima parte de la que contenga el vino.

Añadir a la solución de referencia una cantidad de fosfato monosódico equivalente al contenido en sodio del vino cuando este contenido sea superior al equivalente a 20 mg de fosfato monosódico.

En el caso del fraude por adición de 1 g/l de salicilato de sodio, añadir 100 mg de salicilato de sodio por litro de la solución de referencia y de dilución. El salicilato de sodio tiene una influencia muy marcada en el resultado del análisis.

18.4. Procedimiento.

Regular el aparato y establecer una curva de calibración con la solución de referencia pura y con diversas diluciones de la solución de referencia diluida a 1/20, 1/10, 1/5, 1/2, con la solución de dilución.

Diluir el vino a 1/10 con agua y hacer la determinación en el fotómetro.

Si la lectura no queda comprendida entre los valores 40 y 100 de la escala del galvanómetro, diluir convenientemente el vino con solución de dilución.

18.5. Cálculo.

Calcular el contenido en potasio expresado en g/l con una aproximación de $\pm 0,02$ g/l.

$$\text{Potasio} = 10 L \text{ g/l}$$

L = valor correspondiente a la lectura de la escala del galvanómetro en la curva de calibración.

18.6. Referencia.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A8, 1-3, 1969.

19. SODIO

(Método del fotómetro de llama)

19.1. Principio.

Como 18.1, referido a sodio.

19.2. Material y aparatos.

Como en 18.2.

19.3. Reactivos.

19.3.1. Solución de referencia.—Como en 18.3.1, sustituyendo los 20 mg de fosfato monosódico por 50,84 mg de cloruro de sodio.

19.3.2. Solución de dilución.—Como en 18.3.2, suprimiendo los 50,84 mg de cloruro de sodio.

19.4. Procedimiento.

Como en 18.4. Para la curva de calibración, utilizar la solución de referencia diluida a 1/20, 1/10, 1/2, 3/4.

19.5. Cálculo.

Calcular el contenido en sodio expresado en g/l con una aproximación de $\pm 0,05$ g/l.

19.6. Referencia.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A25, 1-2, 1969.

20. ACIDEZ TOTAL

20.1. Principio.

La acidez total de un vino se considera como la suma de los ácidos titulables cuando se lleva el vino a pH = 7 por adición de un licor alcalino valorado. El ácido carbónico y el anhídrido sulfuroso libre y combinado no se consideran comprendidos en la acidez total.

El gas carbónico se elimina previamente del vino por agitación en frío y con vacío parcial.

20.2. Material y aparatos.

20.2.1. Potenciómetro con electrodo de vidrio.

20.2.2. Agitador magnético.

20.2.3. Puente con solución saturada de ClK para evitar la introducción del electrodo de calomelanos en el vino.

20.2.4. Kitasato de un litro.

20.2.5. Pipeta de 20 ml.

20.2.6. Vaso de 100 ml de capacidad.

20.2.7. Bureta de 50 ml.

20.3. Reactivos.

20.3.1. Solución de Na(OH) N/10.

20.4. Procedimiento.

Poner 50 ml de vino en un Kitasato de 1 l de capacidad, conectar al vacío agitando al mismo tiempo el matraz. El desprendimiento de CO₂ se aprecia a los pocos momentos. Observar atentamente el momento en que dejan de desprenderse las burbujas, desconectar del vacío.

Tomar 20 ml del vino sin CO₂ y llevar a un vaso de unos 100 ml de capacidad, introducir el electrodo de vidrio en el vino y el de calomelanos en vaso lateral con solución saturada de ClK. Disponer un puente de la misma solución en tubo de vidrio con los extremos uno en cada vaso estableciendo contacto.

Poner en marcha el agitador y añadir desde bureta solución N/10 de sosa al vino hasta que la aguja del potenciómetro marque pH = 7, manteniendo el agitador en marcha durante la operación, que no debe durar más de cinco minutos.

20.5. Cálculo.

Calcular la acidez total expresada en meq/l con una aproximación de 0,1 meq/l o en g de ácido tártrico.

$$\text{Acidez total} = 10 \frac{V}{2} - 0,35 V' - 0,25 V'' \text{ meq/l}$$

$$\text{Acidez total} = 0,75 \left(\frac{V}{2} - 0,035 V' - 0,025 V'' \right) \text{ g/l ácido tártrico}$$

V = volumen en ml de Na (OH) N/10.

V' = volumen en ml de iodo N/100 utilizado para la oxidación de anhídrido sulfuroso libre (21.—).

V'' = volumen en ml de iodo N/100 utilizado para la oxidación del anhídrido sulfuroso combinado (21.—).

20.6. Referencias.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A10, 1-3, 1969.
2. Jaulmes, P. «La mesure de l'acidité total des vins». Annal des Falsifications et des Fraudes, 558, 1955.

21. ACIDEZ VOLATIL

21.1. Principio.

La acidez volátil está constituida por la parte de ácidos grasos pertenecientes a la serie acética que se encuentra en los vinos, ya sea en estado libre o de sal. Se determina mediante la separación de los ácidos volátiles por arrastre con vapor de agua y rectificación de los vapores. Se debe evitar con precaución la presencia de gas carbónico en el destilado. La acidez del anhídrido sulfuroso libre y combinado arrastrados con el destilado no deben comprenderse en la acidez volátil, por lo que hay que restar la equivalencia de su acidez de la del destilado, así como la del ácido sórbico eventualmente presente. Para estas correcciones se sigue la norma Jaulmes (1), en la que se considera como completa la influencia de SO₂ libre y sólo la mitad de la del combinado.

21.2. Material y aparatos.

21.2.1. Aparato para destilación aislada (fig. 21.D).

21.2.1.1. Matraz generador de vapor de 3.500 ml.

El agua condensada en el tubo de unión del matraz con el barbotador se purga por el purgador (c).

21.2.1.2. Barbotador (b).—Tubo cilíndrico de 3 cm de diámetro y 27 cm de altura. Este tubo reposa sobre un disco de amianto de 15 cm de diámetro, con un orificio central de 29 mm. El tubo (d) por el que entra el vapor en el barbotador debe llegar a 1 cm del fondo.

21.2.1.3. Columna rectificadora (e).—Constituida por un tubo cilíndrico de 20 mm de diámetro y 50 cm de altura, conteniendo una hélice de tela de acero inoxidable número 100 plegada, con 15 mm de paso.

21.2.1.4. Refrigerante de West (f).—De 40 cm de longitud activa, colocado verticalmente.

21.3. Reactivos.

21.3.1. Solución de Na(OH) N/10.

21.3.2. Solución de fenoltalefina al 1 por 100 en alcohol neutro.

21.3.3. Solución de yodo N/100.

21.3.4. Solución de engrudo de almidón.

21.4. Procedimiento.

Alimentar el generador de vapor con agua de cal o de bari-ta limpia, manteniéndolo lleno hasta unos 2/3 de su volumen. Poner en el barbotador 20 ml del vino exento de gas carbónico como en 20.4. Añadir al vino unos 0,5 g de ácido tártrico, poner en marcha el generador de vapor, manteniendo abierta la salida del tubo purgador del vapor; después de cerrar ésta, calentar el barbotador. Durante la operación se regula el calentamiento de forma que el volumen de líquido en el barbotador no pase sensiblemente de los 20 ml iniciales.

Destilar en unos 12-5 minutos 250 ml.

Valorar con solución de sosa N/10 en presencia de dos gotas de fenoltaleína como indicador.

Valorar el sulfuroso libre en este destilado, añadiendo al terminar la anterior valoración una gota de ácido clorhídrico puro, para acidular nuevamente y valorar el SO₂ libre con solución de yodo N/100, añadiendo también 2 ml de solución de almidón como indicador y un cristal de ioduro de potasio.

Para determinar el ácido sulfuroso combinado con el acetaldehído, añadir 20 ml de solución saturada de bórax (el líquido toma un color rosa pálido) y valorar nuevamente con solución de yodo N/100.

21.5. Cálculo.

Calcular la acidez volátil expresada en meq/l, con una aproximación de 0,2 ml, o en g/l de ácido sulfúrico o de ácido acético, con una aproximación de 0,1 g/l.

Acidez volátil = $5 (V - V'/10 - V''/20)$ meq/l

Acidez volátil = $\frac{0,49}{2} (V - V'/10 - V''/20)$ g/l de ácido sulfúrico

Acidez volátil = $\frac{0,6}{2} (V - V'/10 - V''/20)$ g/l de ácido acético

V = volumen en ml de NaOH N/10.

V' = volumen en ml de yodo N/100 utilizado en la oxidación del anhídrido sulfuroso libre.

V'' = volumen en ml de yodo N/100 utilizado en la oxidación del anhídrido sulfuroso combinado con el acetaldehído.

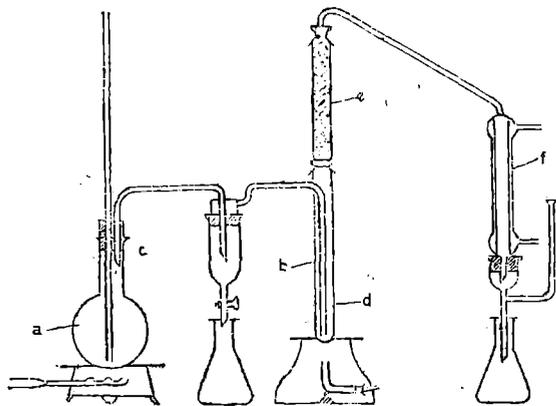


Figura 21.I.—Aparato para destilación aislada

21.6. Observaciones.

En la destilación del vino para la determinación de la acidez volátil el ácido sórbico pasa casi en su totalidad al destilado, junto con el ácido acético, falseando el resultado del análisis. Para corregir el resultado, determinar el ácido sórbico en el destilado como en 20, procediendo en la siguiente forma simplificada: tomar 0,5 ml del destilado de la acidez volátil, llevar a la cubeta de 1 cm de espesor interno, añadir 1,5 ml de la solución (a), dejar la cubeta al aire durante unos minutos y medir después la absorbancia en el espectrofotómetro a 256 m μ . Graduar el espectrofotómetro con 0,5 ml de la solución (b) y 1,5 ml de la solución (a).

21.7. Referencias.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A11, 1-4, 1969.
2. Jaulmes, P. Analyse des Vins, 2.ª ed., 1951.

22. ACIDO SORBICO EN EL DESTILADO PARA ACIDEZ VOLATIL

22.1. Principio.

En la destilación del vino para la determinación de la acidez volátil el ácido sórbico pasa casi en su totalidad al destilado junto con el ácido acético, falseando el resultado del análisis. Para valorar este ácido sórbico se parte de una muestra de 0,5 ml de destilado (lo que no supone un error sensible) y se valora por espectrofotometría en el ultravioleta.

22.2. Material y aparatos.

22.2.1. Espectrofotómetro ultravioleta.

22.2.2. Cubetas de cuarzo de 1 cm.

22.2.3. Pipetas de 0,5 ml y 1,5 ml.

(Continuará.)

MINISTERIO DE JUSTICIA

16857

REAL DECRETO 1815/1977, de 17 de junio, haciendo uso de la facultad contenida en la disposición adicional 6.ª del Decreto 4104/1964, de 24 de diciembre, por el que se aprueba el texto refundido de la Ley de Arrendamientos Urbanos.

El aumento constante de las cargas de la propiedad urbana, aconseja que el Gobierno haga uso de la facultad que le confiere la disposición adicional sexta del texto refundido de la Ley de Arrendamientos Urbanos, aprobado por Decreto número cuatro mil ciento cuatro/mil novecientos sesenta cuatro, de veinticuatro de diciembre, disponiendo quede sin efecto total lo prevenido en el número dos del artículo noventa y nueve del mismo texto, y restableciendo así, para los contratos anteriores al doce de mayo de mil novecientos cincuenta y seis, las causas de elevación de renta previstas en los apartados primero, segundo y tercero del número uno del mismo artículo; las del artículo ciento dos, por aumento de coste de los servicios y suministros, y las autorizadas por contribución a los gastos y pagos a que se refiere el artículo ciento ocho.

Los aumentos por los expresados conceptos tendrán la consideración de cantidades asimiladas a renta y sólo procederán por causas producidas con posterioridad a la entrada en vigor del Real Decreto, estándose, en cuanto a la derrama y repercusión entre arrendatarios e inquilinos, a lo dispuesto en el Decreto de veintiséis de julio de mil novecientos cincuenta y seis y al artículo ciento ocho de la Ley de Arrendamientos Urbanos.

En su virtud, a propuesta del Ministro de Justicia, y previa deliberación del Consejo de Ministros, en su reunión del día diecisiete de junio de mil novecientos setenta y siete,

DISPONGO:

Artículo primero.—Queda sin efecto total lo prevenido en el número dos del artículo noventa y nueve del texto refundido de la Ley de Arrendamientos Urbanos, aprobado por Decreto número cuatro mil ciento cuatro/mil novecientos sesenta y cuatro, de veinticuatro de diciembre.

Los aumentos a que haya lugar como consecuencia de lo dispuesto en el párrafo anterior tendrán la consideración de cantidades asimiladas a renta y sólo procederán por causas producidas con posterioridad a la entrada en vigor del presente Real Decreto, estándose, en cuanto a la derrama y repercusión entre arrendatarios e inquilinos, a lo dispuesto en el Decreto de veintiséis de julio de mil novecientos cincuenta y seis, y al artículo ciento ocho de la Ley de Arrendamientos Urbanos.

Artículo segundo.—El presente Real Decreto entrará en vigor el día primero del mes siguiente al de su publicación en el «Boletín Oficial del Estado».

Dado en Madrid a diecisiete de junio de mil novecientos setenta y siete.

JUAN CARLOS

El Ministro de Justicia,
LANDELINO LAVILLA ALSINA