

de Harinas, a instancia de la Agrupación Nacional de Panadería, vendrá obligada a efectuarlo, sin perjuicio de que sea abierto por la Jefatura de Comercio Interior el oportuno expediente administrativo, a la industria harinera que dejó de efectuar el suministro para exigirle la responsabilidad que corresponda.

En los casos en que resulte responsable el fabricante de harinas por el incumplimiento del suministro y de ello se derive peligro grave de desabastecimiento se propondrá al Consejo de Ministros, en su grado máximo, la sanción de cierre temporal de la Empresa, con la obligatoriedad de hacerse cargo del pago de los salarios del personal de la misma.

Artículo cuarto.—Se consideran no comprendidas en el régimen de precios autorizados las harinas de trigo que se ajusten a las especificaciones que figuran en el anexo número dos.

Artículo quinto.—Las harinas acondicionadas, enriquecidas o compuestas, a que se refieren el artículo dos punto-siete coma cuatro y dos punto-siete punto cinco, del Decreto trescientos

treinta y ocho/mil novecientos setenta y cinco, de siete de marzo, por el que se aprueban las normas sobre panes y panes especiales, quedan igualmente exceptuadas del régimen de precios autorizados.

Artículo sexto.—El sistema de precios que se dispone por el presente Decreto será de aplicación en la Península e islas Baleares, quedando exceptuadas las provincias de Canarias, Ceuta y Melilla, en razón del régimen especial en que se envuelve el mercado de las harinas.

Artículo séptimo.—El presente Decreto entrará en vigor el día siguiente a su publicación en el «Boletín Oficial del Estado».

Dado en Madrid a veintitrés de julio de mil novecientos setenta y siete.

JUAN CARLOS

El Ministro de la Presidencia del Gobierno,
JOSE MANUEL OTERO NOVAS

ANEXO NUM. 1

CARECTERISTICAS DE LAS HARINAS DE TRIGO PANIFICABLES DE PRECIO AUTORIZADO

Organolépticas:

Será suave al tacto; color natural, sin sabores extraños de rancidez, moho, acidez, amargor o dulzor. A la compresión presentará superficie uniforme, sin puntos negros, libre de cualquier defecto, de insectos vivos o muertos, cuerpos extraños y olores anormales.

Físico-químicas:

	Máximo	Mínimo
Humedad	15 %	—
Proteínas s.s.s. (N × 5,7)	11 %	9 %
Extracción	76 %	—
Valor W	150	60
Cenizas s.s.s.	0,73 %	0,55 %

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.)*

22.3. Reactivos.

22.3.1. Solución a): Mezclar 0,5 g de NaHCO_3 con 0,001 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ y añadir agua hasta un litro.

22.3.2. Solución b): Llevar 20 mg de ácido sórbico a matraz de un litro que contenga 900 ml de agua caliente, agitar, dejar enfriar y enrasar a un litro. En vez de ácido sórbico puede emplearse 26,8 g de sorbato potásico.

22.4. Procedimiento.

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 nm. Graduar el espectrofotómetro con 0,5 ml de la solución b) y 1,5 ml de la solución a).

22.5. Cálculo.

Un gramo de ácido sórbico corresponde a 8,92 ml de solución normal y a 0,438 g de ácido sulfúrico. Para todo vino adicionado con 200 mg de ácido sórbico por litro la corrección sustractiva que corresponde hacer a la acidez volátil es de 1,7 meq o 0,088 g del ácido sulfúrico o 0,107 g de ácido acético por litro de vino.

ANEXO NUM. 2

CARACTERISTICAS DE LAS HARINAS DE TRIGO EN REGIMEN DE PRECIO LIBRE

Organolépticas:

Será suave al tacto; color natural, sin sabores extraños de rancidez, moho, acidez, amargor o dulzor. A la compresión presentará superficie uniforme, sin puntos negros, y libre de cualquier defecto, de insectos vivos o muertos, cuerpos extraños y olores anormales.

	Máximo	Mínimo
Humedad	15 %	—
Proteínas s.s.s. (N × 5,7)	—	11 %
Extracción	70	—
Valor W	—	150
Cenizas s.s.s.	0,55 %	—

Las harinas acondicionadas, enriquecidas o compuestas, a que se refiere el artículo 2.7.4 y 2.7.5 del Decreto 338/1975, de 7 de marzo, por el que se aprueban las normas sobre panes y panes especiales, deben tener la consideración de «precio libre», ya que se emplean en la elaboración de panes especiales, en confitería, etc., productos que no se encuentran sujetos a precios en su comercialización.

22.6. Referencia.

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O. I. V. A11, 3.

23. ACIDEZ FIJA

23.1. Principio.

Se considera convencionalmente como acidez fija la diferencia entre acidez total y acidez volátil, ambas expresadas en ácido tártrico.

No es necesario hacer las correcciones por eventual presencia de anhídrido sulfuroso combinado y libre.

24(a). ACIDO TARTRICO TOTAL

(Método del racemato de calcio)

24(a).1. Principio.

Adición al vino de ácido tártrico levógiro que en unión con el ácido tártrico dextrógiro del vino y en presencia de solución de calcio, forman en condiciones determinadas racemato de cal insoluble.

En el método adoptado se determinan las condiciones de precipitación del racemato de calcio, fijando la solubilidad del tartrato levógiro de calcio (que también se forma) y las del racemato de calcio en función del pH y de la riqueza en iones de calcio. Con estos datos se ha fijado un pH conveniente para que precipite el racemato de calcio y se solubilice el tartrato levógiro.

24(a).2. *Material y aparatos.*

- 24(a).2.1. Vaso cilíndrico de 600 ml.
 24(a).2.2. Filtros de porosidades números 4 y 2.
 24(a).2.3. Kitasato y trompa de agua para vacío.
 24(a).2.4. Material accesorio para una volumetría.

24(a).3. *Reactivos.*

24(a).3.1. Solución de acetato de cal de 10 g de calcio por litro. Mezclar en matraz aforado de 1.000 ml 25 g de carbonato cálcico con 40 ml de ácido acético cristalizante y enrasar con agua destilada hasta 1.000 ml.

24(a).3.2. Racemato de calcio cristalizado. En un vaso, introducir 20 ml de una solución de ácido tártrico de 5 g por litro, 100 ml de agua destilada, 20 ml de una solución de tartrato levógiro de amonio de 6,126 g por litro y 6 ml de la solución de acetato de calcio.

Dejar precipitar durante dos horas. Recoger el precipitado sobre un filtro de porosidad número 4, lavando y arrastrando cuatro veces. Secar en estufa a 70° hasta peso constante. Se obtienen unos 340 mg de racemato de calcio cristalizado.

Conservar en frasco tapado.

24(a).3.3. Licor de precipitación. Introducir en matraz aforado de 1.000 ml 150 g de tartrato de amonio levógiro, 8,8 ml de solución de calcio de 10 g/l y enrasar con agua destilada.

Por ser el racemato de calcio ligeramente soluble en este licor, conviene saturarle antes de su empleo, añadiendo 5 g de racemato de calcio a un litro de este licor. Agitar durante 12 horas y filtrar.

24(a).4. *Procedimiento.*

24(a).4.1. Precipitación del racemato.—En un vaso cilíndrico de 600 ml introducir 500 ml de licor de precipitación y 10 ml de vino. Mezclar y dejar precipitar durante 24 horas.

24(a).4.2. Valoración gravimétrica.—Filtrar sobre filtro poroso número 2, tarado y puesto sobre el Kitasato, recogiendo el precipitado. Lavar el vaso en el que se ha efectuado la precipitación y arrastrar las últimas partículas del precipitado con el líquido ya filtrado.

Secar en estufa a 70° hasta peso constante.

24(a).5. *Cálculo.*

Calcular el ácido tártrico expresado en g/l de vino o en g de tartrato ácido de potasio.

Acido tártrico = $28,84 \times P$ g/l.

Acido tártrico = $36,15 \times P$ g de tartrato ácido de potasio.

P = peso en g del racemato de calcio, cristalizado con cuatro moléculas de agua.

24(a).6. *Referencia.*

1. Jaulmes, P.; Brum, S.; Cabanis, J. «Comunicación número 304 de Métodos de Análisis de Vinos». O. I. V., 1969.

24(b). ACIDO TARTRICO TOTAL

(Método complexométrico)

24(b).1. *Principio.*

Como en 24(a).1.

24(b).2. *Material y aparatos.*

24(b).2. (1, 2, 3, 4) como 24(a).2 (1, 2, 3, 4).

24(b).3. *Reactivos.*

24(b).3.1. Solución tampón pH = 9. Mezclar 54 g de cloruro de amonio, 350 ml de $\text{NH}_4(\text{OH})$ en solución al 25 por 100 y completar con agua hasta un litro.

24(b).3.2. Indicador de negro eriocromo T. Mezclar 1 g de negro eriocromo T con 100 g de cloruro de sodio puro.

24(b).3.3. Solución de magnesio 0,05 M. Disolver 2,25 g de óxido de magnesio puro (para asegurar que no esté carbonatado se recomienda calcinar 5 g de óxido de magnesio «puro» al rojo en horno eléctrico durante 30 minutos, enfriar y pesar 2,25 g). Hacer la disolución en cantidad necesaria de ácido clorhídrico diluido (10 por 100) y luego se enrasa a un litro.

Valorar esta solución con otra 0,05 M de complexona III en presencia de negro de eriocromo.

24(b).3.4. Solución de complexona III 0,05 M. Disolver 18,61 g de complexona III (sal disódica bihidratada del ácido diamino tetracético) en un litro de agua destilada.

24(b).3.5. Acido clorhídrico diluido a 1/5 (V/V).

24(b).3.6. $\text{Na}(\text{OH})$ en solución N.

24(b).4. *Procedimiento.*

Disolver en 10 ml de ácido clorhídrico diluido el precipitado de racemato recogido sobre el crisol filtrante. Lavar el crisol filtrante con unos 50 ml de agua destilada. Añadir un volumen de solución $\text{Na}(\text{OH})$ N/1 suficiente para neutralizar la solución (unos 20-22 ml). Añadir después 5 ml de solución tampón pH = 9,5 ml de sal de magnesio 0,05 M y 50 mg de indicador negro eriocromo T. Valorar con la complexona III 0,05 Molar.

24(b). *Cálculo.*

Acido tártrico en g/l de vino = $(V - 5) \cdot 3,75$.

Acido tártrico expresado en g/l de tartrato ácido de potasio = $(V - 5) \cdot 4,70$.

V = volumen en ml de complexona III 0,05 M.

La expresión de los resultados serán en tartrato ácido de potasio y con una aproximación de 0,5 miliequivalentes por litro, o de 0,05 g/l.

25. ACIDO LACTICO

25.1. *Principio.*

Aislamiento del ácido láctico mediante columna de resinas cambiadoras de aniones, oxidación a acetaldehído y valoración colorimétrica por la reacción coloreada del acetaldehído con la piperidina.

25.2. *Material y aparatos.*

- 25.2.1. Espectrofotómetro y accesorios.
 25.2.2. Tubo de vidrio o bureta de 10-11 mm de diámetro y 30 cm de longitud con llave en la parte inferior.
 25.2.3. Lana de vidrio.
 25.2.4. Resina cambiadora de aniones.

25.3. *Reactivos.*

25.3.1. Solución 0,1 M de sulfato cérico (cerio IV) en ácido sulfúrico 0,7 N. Disolver en frío 40,431 g de sulfato cérico, $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 350 ml de ácido sulfúrico 2 N exactamente valorado. No calentar, pues se formaría un óxido cérico insoluble. Llevar la solución a 1.000 ml con agua destilada.

25.3.2. Solución valorada de $\text{Na}(\text{OH})$ 2,5 N.
 25.3.3. Solución de acetato de sodio al 27 por 100. Disolver 270 g de acetato de sodio desecado en agua y completar 1.000 ml.

25.3.4. Solución valorada de SO_3H_2 2 N.
 25.3.5. Solución de nitroprusiato de sodio al 2 por 100. Disolver 2 g de nitroprusiato de sodio pulverizado en agua, después completar a 100 ml. Conservar tapado en la oscuridad. La solución no debe tener más de ocho días.

25.3.6. Solución de piperidina al 10 por 100. Llevar a un matraz de 100 ml, 10 ml de piperidina y enrasar a 100 ml con agua destilada.

25.4. *Procedimiento.*

25.4.1. Preparación de la columna de resinas aniónicas. Colocar lana de vidrio en el fondo del tubo o bureta 25.2.2, formando tapón de 2-3 mm de altura aproximadamente, añadir agua hasta una altura de unos 5 mm sobre el tapón de lana de vidrio. Añadir después la resina cambiadora de aniones, que estará conservada en ácido acético glacial al 30 por 100, agitar esta suspensión y añadir rápidamente un volumen de unos 10 mililitros. Dejar sedimentar y después depositar en la superficie un tapón de lana de vidrio que se conduce a través del líquido sin resinas con una varilla de vidrio.

La resina cambiadora de aniones no sirve más que para una sola vez.

25.4.2. Aislamiento del ácido láctico. Abrir la llave inferior de la columna y dar salida al ácido acético diluido hasta unos 2-3 ml por encima del tapón de lana superior. Añadir unos 10 mililitros de ácido acético al 0,5 por 100, vaciar hasta igual altura y repetir estos lavados cuatro veces.

Después del último lavado, y con llave cerrada, adicionar 10 ml del vino y señalar la altura alcanzada, con lápiz graso. Dejar salir goteando el vino a razón de 1-1,5 gotas por segundo (25-30 ml por minuto). Vaciar hasta el nivel del tapón de lana de vidrio superior. Llenar de nuevo la columna con ácido acético al 0,5 por 100 hasta la señal de lápiz graso. Dejar salir a la misma velocidad que la vez anterior y lavar después en la misma forma siete veces, cada vez con 10 ml de agua destilada.

Al terminar el último lavado, cerrar la llave cuando el nivel del líquido se encuentre un poco más arriba del tapón de lana de vidrio superior.

Colocar un matraz receptor aforado de 100 ml. Eluir los ácidos fijados en el cambiador de aniones mediante adiciones de solución de sulfito de sodio 0,5 M, hasta la señal trazada en el tubo.

Resulta práctico, para realizar esta operación, colocar un frasco con la solución de sulfito unido por el cuello a la columna mediante un manguito de caucho y con unas pinzas para regular la caída del líquido en la bureta o tubo. Puestos así en comunicación los dos aparatos (frasco y bureta o tubo), abrir las pinzas del caucho de unión y la llave inferior, dejando caer el líquido a la bureta hasta unos 10 cm de altura, y sin que queden huecos vacíos. Se regula la salida del líquido a la proporción de 2-3 gotas por segundo, para llenar el matraz receptor hasta el enrase.

25.4.3. Valoración del ácido láctico. Introducir 10 ml del eluido en un tubo de ensayo de paredes que no sean gruesas y de unos 50 ml de capacidad con tapón. Añadir 10 ml del reactivo de sulfato cérico. Agitar e introducir el tubo de ensayo en un termostato a 65° C durante 10 minutos exactamente. Inmediatamente después de la inmersión en el líquido, destapar durante unos segundos, para dar salida al aire dilatado. Cerrar rápidamente con el tapón para evitar pérdidas del acetaldehído formado. Después de 10 minutos, retirar y enfriar el tubo con agua corriente hasta la temperatura de 20° C.

Añadir 5 ml de la solución de hidróxido de sodio 2,5 N, mezclar bien y filtrar.

Tomar 15 ml del filtrado y verterlos en probeta de tapón, esmerilado de 50 ml de capacidad, que contenga 5 ml de solución de acetato de sodio al 27 por 100 y 2 ml de ácido sulfúrico 2 N. Añadir además 5 ml de solución de nitroprusiato de sodio y mezclar bien. Añadir después 5 ml de solución de piperidina, mezclar rápidamente, introducir en seguida en la cubeta del espectrofotómetro de 10 mm de espesor. Medir la coloración producida, que varía, de verde a violeta, con relación al aire a la longitud de onda de 570 nm. Esta coloración aumenta al principio, pero disminuye en seguida rápidamente. Tomar como valor definitivo el valor máximo de la lectura de absorbancia.

Si el eluido es muy rico en ácido láctico y la densidad óptica es muy elevada, diluir el eluido con solución de sulfato de sodio al 7,1 por 100.

25.4.4. Curva patrón. Tomar 10 ml de una solución de ácido láctico N exacta, y añadir 10 ml de solución valorada de hidróxido de sodio N y completar a un litro con solución de sulfato de sodio al 7,1 por 100. Tomar 5, 10, 15, 20 y 25 ml, respectivamente, e introducir cada alícuota en un matraz aforado de 100 mililitros. Enrasar con solución de sulfato de sodio al 7,1 por 100. Mezclar bien, tomar 10 ml de las soluciones así obtenidas y determinar los valores de las absorbancias respectivas.

Las diferentes soluciones corresponden a eluido del vino conteniendo 0,45, 0,90, 1,35, 1,80 y 2,25 g/l de ácido láctico.

La representación gráfica de las absorbancias de estas soluciones en función de la riqueza en ácido láctico, es una recta.

25.5. Cálculo.

Llevar los valores de absorbancia obtenidos a la curva patrón y deducir los correspondientes contenidos en ácido láctico expresados en g/l.

25.6. Observaciones.

Si el vino tiene más de 250 mg por litro de sulfuroso total, el resultado puede ser erróneo, por la presencia de ácido aldehído sulfuroso. En determinaciones de precisión, conviene realizar una corrección en la forma siguiente:

Tomar 15 ml de eluido y llevar a probeta de tapón esmerilado, en la que se habrá añadido 5 ml de acetato de sodio al 27 por 100 y 2 ml de SO_2H_2 1,55 N (77,5 ml de SO_2H_2 2 N diluidos a 100 ml con agua). Añadir 5 ml de nitroprusiato de sodio al 2 por 100 y 5 ml de piperidina al 10 por 100. Mezclar y hacer la determinación espectrofotométrica a 570 nm que da el factor de corrección:

$$L = L' - C \times 0,25$$

L = contenido real de ácido láctico expresado en g/l.

L' = contenido aparente de ácido láctico expresado en g/l.

C = factor de corrección en g/l.

25.7. Referencia.

1. Rebelcin, M. «Deutsche Lebens-mittel Rudshan», 2: 36-41, 1961, y 59: 131, 1963.

26. ACIDO CITRICO

26.1. Principio.

El ácido cítrico es fijado junto con los otros ácidos del vino por una resina cambiadora de aniones. Después se procede a la elución, la que se realiza fraccionadamente y separando el ácido citromálico que es causa de error en la valoración del ácido cítrico.

El ácido cítrico es transformado por oxidación cuidadosa en acetona, la que se separa por destilación. El etanal arrastrado se oxida a ácido acético y se valora sola la acetona por iodometría.

26.2. Material y aparatos.

26.2.1. Columna cambiadora de aniones. En una bureta de llave de 25 ml de capacidad, colocar un tapón de lana de vidrio en el fondo y verter 20 ml de resina Dowex 1 x 2.

Someter la resina a dos ciclos completos de regeneración con pasos alternos de solución N de ácido clorhídrico e hidróxido de sodio. Lavar después con 50 ml de agua destilada, agitando la resina cuando los primeros ml de agua pasan por la columna para despejarla del fondo de la bureta.

Saturar la resina de iones acetato, mediante el paso de 250 mililitros de una solución 4 N de ácido acético. Lavar luego con 100 ml de agua destilada.

26.2.2. Aparato para la oxidación. Aparato compuesto de matraz de cuello largo, atravesado lateralmente por el tubo afilado de embudo con llave, y en comunicación con refrigerante, según dimensiones y forma del diseño (fig. 26.I.).

26.3. Reactivos.

- 26.3.1. Resina Dowex 1 x 2 (50-100 mallas).
- 26.3.2. Solución 4 N de ácido acético.
- 26.3.3. Solución 2,5 N de ácido acético.
- 26.3.4. Solución 2 N de hidróxido de sodio.
- 26.3.5. Acido sulfúrico diluido al 1/5 (V/V).
- 26.3.6. Solución tampón pH = 3,2-3,4. En un matraz aforado de 1 l introducir 150 g de fosfato monopotásico y 5 ml de ácido fosfórico puro (d = 1,689) y enrasar con agua destilada.
- 26.3.7. Solución de sulfato de manganeso de 50 g/l.
- 26.3.8. Piedra pómez.
- 26.3.9. Solución 0,05 N de permanganato potásico.
- 26.3.10. Acido sulfúrico diluido a 1 (V/V).
- 26.3.11. Solución 2 N de permanganato potásico.
- 26.3.12. Solución de sulfato ferroso de 40 g por 100.
- 26.3.13. Solución 5 N de hidróxido de sodio.
- 26.3.14. Solución 0,02 N de iodo.
- 26.3.15. Solución 0,02 N. de tiosulfato sódico.
- 26.3.16. Engrudo de almidón.

26.4. Procedimiento.

26.4.1. Separación de los ácidos cítrico y citromálico. Hacer pasar 25 ml del vino a través de la columna cambiadora de aniones Dowex 1 x 2 en forma acética a razón de 3 ml cada dos minutos. Lavar la columna con 20 ml de agua destilada en tres veces. Eluir los ácidos con 200 ml de solución 2,5 N de ácido acético que se hace pasar por la columna a la misma velocidad. En esta fracción de eluido se encuentra, entre otros ácidos, el ácido citromálico que interesa eliminar.

Eluir los ácidos cítricos y tártricos haciendo pasar a través de la columna 100 ml de una solución 2 N de hidróxido de sodio y recoger el eluido en el matraz del aparato de oxidación y destilación descrito.

(Continuará.)

MINISTERIO DE HACIENDA

16352

REAL DECRETO 1835/1977, de 4 de julio, por el que se asigna coeficiente al Cuerpo de Ayudantes de Instituciones Penitenciarias (Escala Masculina y Femenina).

La Ley treinta y seis/mil novecientos setenta y siete, de veintitrés de mayo («Boletín Oficial del Estado» de veinticinco de mayo, en su artículo primero, establece la creación del Cuerpo de Ayudantes de Instituciones Penitenciarias, compuesto por dos Escalas, masculina y femenina, haciéndose necesario asignar coeficiente al nuevo Cuerpo, de conformidad con lo dispuesto en el artículo cinco punto tres de la Ley treinta y uno/ sesenta y cinco, de Retribuciones, de cuatro de mayo, y en el artículo catorce, E), de la Ley articulada de Funcionarios Civiles del Estado, aprobada por Decreto trescientos quince/ mil novecientos sesenta y nueve, de siete de febrero.

En su virtud, con iniciativa del Ministro de Justicia y a propuesta del de Hacienda, con informe de la Comisión Superior de Personal, previa deliberación del Consejo de Ministros en su reunión del día cuatro de julio de mil novecientos setenta y siete,