

382R1108

14. 5. 82

Diario Oficial de las Comunidades Europeas

Nº L 133/1

**REGLAMENTO (CEE) Nº 1108/82 DE LA COMISIÓN****de 21 de abril de 1982****por el que se determinan métodos de análisis comunitario aplicables en el sector del vino y por el que se deroga el Reglamento (CEE) nº 2984/74**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Visto el Reglamento (CEE) nº 337/79 del Consejo, de 5 de febrero de 1979, por el que se establece una organización común del mercado vitivinícola <sup>(1)</sup>, modificado en último lugar por el Reglamento (CEE) nº 3577/81 <sup>(2)</sup> y, en particular, su artículo 63,Visto el Reglamento (CEE) nº 338/79 del Consejo, de 5 de febrero de 1979, por el que se establecen disposiciones especiales relativas a los vinos de calidad producidos en regiones determinadas <sup>(3)</sup>, modificado en último lugar por el Reglamento (CEE) nº 3578/81 <sup>(4)</sup>, y, en particular, el apartado 3 de su artículo 14,

Considerando que el apartado 2 del artículo 63 del Reglamento (CEE) nº 337/79 dispone la adopción de métodos de análisis que permitan determinar la composición de los productos mencionados en el artículo 1 de dicho Reglamento y de las normas que permitan establecer si tales productos han sido sometidos a tratamientos que infrijan las prácticas enológicas autorizadas;

Considerando que el apartado 1 del artículo 14 del Reglamento (CEE) nº 338/79 prevé un examen analítico que determine, como mínimo, los valores de los elementos característicos del vcpd de que se trate, que figuren entre los enumerados en el Anexo de dicho Reglamento;

Considerando que, para controlar las indicaciones recogidas en los documentos relativos a los productos de que se trate, es necesario establecer métodos de análisis uniformes que garanticen la obtención de datos precisos y comparables; que, en consecuencia, tales métodos deben ser obligatorios para para cualquier transacción comercial y cualquier operación de control y las posibilidades limitadas de comercio, es conveniente admitir un número limitado de procedimientos usuales que permitan una determinación rápida y suficientemente segura de los elementos investigados;

Considerando que es pertinente seleccionar, en la medida de lo posible, aquellos métodos que gocen de reconocimiento general, tales como los desarrollados en el marco de la Convención Internacional de 1954 para la unificación de los métodos de análisis y evaluación de vinos, publicados por la Oficina Internacional de la Vid y el Vino en la Recopilación de métodos internacionales de análisis de vinos; que, sin embargo, dichos textos sólo se han publicado en una lengua; que es conveniente facilitar el conocimiento de los mismos a todos los interesados publicando todos los métodos de análisis reconocidos por el Derecho comunitario en todas las lenguas oficiales de la Comunidad;

Considerando que los métodos de análisis comunitarios aplicables en el sector del vino figuran en la actualidad en el Reglamento (CEE) nº 2984/78 de la Comisión <sup>(5)</sup>;

Considerando que el progreso científico ha permitido sustituir un método poco utilizado para el análisis del anhídrido carbónico por un método más adecuado; que, por otro lado, la experiencia adquirida ha demostrado la necesidad de rectificar determinados errores en los métodos de análisis publicados y, en algunos casos, mejorar

<sup>(1)</sup> DO nº L 54 de 5. 3. 1979, p. 1.<sup>(2)</sup> DO nº L 359 de 15. 12. 1981, p. 1.<sup>(3)</sup> DO nº L 54 de 5. 3. 1979, p. 48.<sup>(4)</sup> DO nº L 359 de 15. 12. 1981, p. 6.<sup>(5)</sup> DO nº L 360 de 22. 12. 1978, p. 1.

su presentación; que, por último, al haberse deslizado determinados errores materiales en el texto, resulta conveniente proceder a una nueva publicación del conjunto de los métodos de análisis comunitarios y derogar el Reglamento (CEE) n° 2984/78;

Considerando que las medidas previstas en el presente Reglamento se ajustan al dictamen del Comité de gestión del vino,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

*Artículo 1*

1. Figuran en el Anexo del presente Reglamento los métodos comunitarios que permiten, en las transacciones comerciales y en cualquier operación de control:

- establecer la composición de los productos mencionados en el artículo 1 del Reglamento (CEE) n° 337/79,
- comprobar si tales productos han sido sometidos a tratamientos que infrinjan prácticas enológicas autorizadas.

2. Para las materias respecto de las cuales se fijen métodos de referencia y métodos usuales, prevalecerán los resultados obtenidos al aplicar los métodos de referencia.

3. Para analizar las sustancias respecto de las cuales el Anexo del presente Reglamento no prevea ningún mé-

todo de análisis o para completar o comprobar los resultados hallados por el método de referencia, podrán aplicarse los métodos de análisis contemplados en el apartado 3 del artículo 63 del Reglamento (CEE) n° 337/79.

4. En tanto no se adopten disposiciones comunitarias relativas a los límites, en cifras, de los elementos presentes característicos de la utilización de determinadas prácticas enológicas y tablas que permitan la comparación de los datos analíticos, los Estados miembros, para comprobar si un producto ha sido sometido a tratamientos o manipulaciones que no se ajusten a las disposiciones comunitarias, podrán:

- establecer los límites, expresados en cifras, de los elementos presentes en dicho producto;
- recomendar la utilización de las tablas que permitan la comparación de los datos analíticos.

5. Cuando se haga referencia al agua para las soluciones, diluciones o lavados, se tratará siempre de agua destilada o agua desmineralizada de purzas al menos equivalentes. Todos los productos químicos deberán ser de calidad analítica, salvo que se especifique otra cosa.

*Artículo 2*

Queda derogado el Reglamento (CEE) n° 2984/78.

*Artículo 3*

El presente Reglamento entrará en vigor el 1 de junio de 1982.

El presente Reglamento será obligatorio en todas sus disposiciones y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 21 de abril de 1982.

*Por la Comisión*

Poul DALSGER

*Miembro de la Comisión*

## ANEXO

## 1. MASA VOLÚMICA Y DENSIDAD RELATIVA A 20 GRADOS CELSIUS

## 1.1. DEFINICIONES

La masa volúmica y la densidad relativa del vino y del mosto se determinarán a 20 °C.

La masa volúmica es el cociente de la masa de un determinado volumen de vino o mosto a 20 °C por dicho volumen. Se expresa en gramos por centímetros cúbicos <sup>(1)</sup> y su símbolo es  $\rho_{20^\circ}$ .

La densidad relativa es la relación, expresada en número decimal, de la masa volúmica del vino (o mosto) a 20 °C a la masa volúmica del agua a la misma temperatura. Su símbolo es  $d_{20}^{20}$  o simplemente  $d$  cuando no haya error posible.

En los certificados de análisis, se especificará la característica considerada, utilizando solamente los símbolos definidos anteriormente. Es preferible emplear únicamente la masa volúmica a 20 °.

Por convención, la masa volúmica y la densidad deben corregirse de la acción del anhídrido sulfuroso y, en su caso, del antiséptico añadido, en el momento de la toma de muestra, para estabilizar el vino o mosto.

## 1.2. FUNDAMENTO DE LOS MÉTODOS

Método de referencia: picnometría, resultados con una aproximación de 0,0001.

Primer método usual: areometría; resultados con una aproximación de 0,0003.

Segundo método usual: densimetría con balanza hidrostática; resultados con una aproximación de 0,0003.

**Tratamiento previo**

Si el vino o mosto contiene cantidades importantes de gas carbónico, eliminar la mayor cantidad posible agitando 250 ml de vino en un frasco 1 000 ml o filtrando a baja presión sobre 2 g. de algodón hidrófilo colocado en un soporte.

Si el vino o mosto está turbio, filtrar 250 ml de vino o mosto con papel de filtración rápida, plegado, colocado en un embudo cubierto, o centrifugarlos en tubos cerrados; se recogerá el filtrado en un frasco de 250 ml. En el certificado de análisis deberá anotarse una referencia de dicha operación.

## 1.3. MÉTODO DE REFERENCIA — PICNOMETRÍA — APARATO

Se utiliza un picnómetro de pyrex, cuya capacidad debe ser aproximadamente de 100 ml, con un termómetro móvil con esmerilado, graduado en décimas de grado, de 10 a 30 °C.

Este picnómetro consta de un tubo lateral de 15 mm de longitud y 1 mm (como máximo) de diámetro interior, terminado en una parte cónica esmerilada. Este tubo lateral puede estar cubierto por «un tapón receptor» constituido por un tubo cónico esmerilado terminado por una parte puntiaguda. Dicho tapón sirve de cámara de dilatación. El termómetro debe controlarse cuidadosamente y las dos partes esmeriladas del aparato deben estar realizadas — con gran cuidado. Puede engrasarse ligeramente con algo de silicona.

Como tara, se utiliza un recipiente que tenga el mismo volumen exterior que el picnómetro. Se llena casi totalmente, con una solución de sal metálica, por ejemplo cloruro sódico, cromato potásico, etc., cuya densidad sea tal que la masa de dicha tara sea igual a la masa de picnómetro lleno de líquido de densidad 1,01 <sup>(2)</sup>. Dicho recipiente se cierra a la llama. Su capacidad exterior deberá ser igual a la capacidad exterior del picnómetro lleno, con una aproximación de al menos 1 ml.

<sup>(1)</sup> O gramos por mililitros, dado que 1 ml equivale a 1 cm<sup>3</sup>.

<sup>(2)</sup> Así tarado, el picnómetro está preparado para medir densidades inferiores o ligeramente superiores a la del agua, como densidades de destilados hidroalcohólicos, de vinos secos. Para los líquidos de densidad muy superior a 1, como vinos dulces o mostos, se utilizará la misma tara pero se añadirá un peso de la tón de 20 g. Al ser el volumen de esta sobrecarga pequeño, las variaciones del empuje del aire sobre la misma serán despreciables. Para estos líquidos, no será preciso medir la masa volúmica con la gran precisión necesaria en el caso de destilados hidroalcohólicos (medida del grado alcohólico).

### Tarado del picnómetro

El tarado del picnómetro vacío se efectúa sobre los platos de una balanza cuya sensibilidad sea de una décima de miligramo y que tenga una capacidad máxima de 200 g, como mínimo, con masas de precisión.

A las masas  $p$ , colocadas al lado del picnómetro vacío y seco se suma la masa del aire contenido en el mismo <sup>(1)</sup>. Se obtiene, de este modo, la tara corregida del picnómetro vacío.

Para calcular la masa del aire  $m$  contenido en el picnómetro, puede adoptarse el valor de 1,2 g/l como masa volúmica del aire <sup>(2)</sup>. La masa del aire  $m$  contenido en el apartado se obtiene multiplicando el volumen del picnómetro, expresado en mililitros, por 0,0012. Dado que no es necesario conocer  $m$  con un precisión mayor de cinco décimas de miligramos, dicho volumen es numéricamente igual a  $p - p'$ , siendo  $p'$  la masa que es necesario colocar junto al picnómetro lleno de agua para establecer el equilibrio.

Se calcula el volumen de picnómetro a 20° <sup>(3)</sup>, multiplicando la masa del agua a  $t$  °C, contenida en el picnómetro a  $t$  °C, por el factor  $F$  dado por la tabla I. Dicha tabla proporciona las inversas de las masas volúmicas del agua a  $t$  °C, corregidas de la dilatación que se produce en el picnómetro de pyrex entre  $t$  °C y 20 °C.

Es necesario conocer dicho volumen para medir las masas volúmicas de los líquidos.

Cuando se quiera calcular la densidad referida al agua a 20 °C, es necesario conocer la masa del agua a 20 °C contenida en el picnómetro a 20 °C. Se obtiene multiplicando el volumen a 20 °C por 0,998203, masa volúmica del agua a 20 °C.

Conviene realizar la operación de tarado por triplicado con objeto de asegurarse de que no se ha cometido ningún error en esta operación fundamental <sup>(4)</sup>.

La tara del picnómetro vacío, el volumen a 20 °C (y, de forma accesoria, la masa del agua a 20 °C) constituyen las características del aparato. Utilizando una tara que tenga el mismo volumen que el picnómetro lleno, no es necesario determinar tales características para cada medida. Sin embargo, es aconsejable comprobarlas de forma periódica, por ejemplo una vez al año.

<sup>(1)</sup> Queda corregido así definitivamente el empuje del aire.

<sup>(2)</sup> En todo rigor, habría que anotar la temperatura del picnómetro y la presión atmosférica y calcular la masa volúmica del aire en estas condiciones. Sin embargo, sólo será necesario realizar este cálculo cuando se trabaje en un lugar cuya altitud sea superior a 1 400 m y cuya temperatura sea superior a 30 °C. En efecto, una variación del 10 % en la masa volúmica del aire produce un error de  $5 \cdot 10^{-4}$  sobre la densidad del destilado de vino y un error máximo de 0,005° en el grado alcohólico medido, lo que es despreciable.

<sup>(3)</sup> El volumen así calculado no es rigurosamente exacto, dado que no se tiene en cuenta el empuje del aire sobre las masas marcadas y que éstas normalmente no están corregidas del empuje. Sin embargo, es preferible conservar este valor no corregido, ficticio en consecuencia, para evitar tener que introducir una corrección del mismo tipo, pero inversa, sobre las medidas propiamente dichas. El volumen real puede calcularse multiplicando el volumen ficticio por 0,999857.

<sup>(4)</sup> Puede evitarse todo cálculo, tarando el picnómetro lleno de agua a 20 °C o a 15 °C, efectuando la lectura de la temperatura con lupa y con una aproximación de 0,02 °C y sin olvidar la corrección de la escala del termómetro, si fuera necesaria.

TABLA I

## Tabla de factores F

por los que hay que multiplicar la masa del agua contenida en el picnómetro de pyrex a t °C, para calcular el volumen del picnómetro a 20 °C

t °C	F												
10,0	1,000398	13,0	1,000691	16,0	1,001097	19,0	1,001608	22,0	1,002215	25,0	1,002916	28,0	1,003704
,1	1,000406	,1	1,000703	,1	1,001113	,1	1,001627	,1	1,002238	,1	1,002941	,1	1,003731
,2	1,000414	,2	1,000714	,2	1,001128	,2	1,001646	,2	1,002260	,2	1,002966	,2	1,003759
,3	1,000422	,3	1,000726	,3	1,001144	,3	1,001665	,3	1,002282	,3	1,002990	,3	1,003787
,4	1,000430	,4	1,000738	,4	1,001159	,4	1,001684	,4	1,002304	,4	1,003015	,4	1,003815
10,5	1,000439	13,5	1,000752	16,5	1,001175	19,5	1,001703	22,5	1,002326	25,5	1,003041	28,5	1,003843
,6	1,000447	,6	1,000764	,6	1,001191	,6	1,001722	,6	1,002349	,6	1,003066	,6	1,003871
,7	1,000456	,7	1,000777	,7	1,001207	,7	1,001741	,7	1,002372	,7	1,003092	,7	1,003899
,8	1,000465	,8	1,000789	,8	1,001223	,8	1,001761	,8	1,002394	,8	1,003117	,8	1,003928
,9	1,000474	,9	1,000803	,9	1,001239	,9	1,001780	,9	1,002417	,9	1,003143	,9	1,003956
11,0	1,000483	14,0	1,000816	17,0	1,001257	20,0	1,001800	23,0	1,002439	26,0	1,003168	29,0	1,003984
,1	1,000492	,1	1,000829	,1	1,001273	,1	1,001819	,1	1,002462	,1	1,003194	,1	1,004013
,2	1,000501	,2	1,000842	,2	1,001290	,2	1,001839	,2	1,002485	,2	1,003222	,2	1,004042
,3	1,000511	,3	1,000855	,3	1,001306	,3	1,001859	,3	1,002508	,3	1,003247	,3	1,004071
,4	1,000520	,4	1,000868	,4	1,001323	,4	1,001880	,4	1,002531	,4	1,003273	,4	1,004099
11,5	1,000530	14,5	1,000882	17,5	1,001340	20,5	1,001900	23,5	1,002555	26,5	1,003299	29,5	1,004128
,6	1,000540	,6	1,000895	,6	1,001357	,6	1,001920	,6	1,002578	,6	1,003326	,6	1,004158
,7	1,000550	,7	1,000909	,7	1,001374	,7	1,001941	,7	1,002602	,7	1,003352	,7	1,004187
,8	1,000560	,8	1,000923	,8	1,001391	,8	1,001961	,8	1,002625	,8	1,003379	,8	1,004216
,9	1,000570	,9	1,000937	,9	1,001409	,9	1,001982	,9	1,002649	,9	1,003405	,9	1,004245
12,0	1,000580	15,0	1,000951	18,0	1,001427	21,0	1,002002	24,0	1,002672	27,0	1,003432	30,0	1,004275
,1	1,000591	,1	1,000965	,1	1,001445	,1	1,002023	,1	1,002696	,1	1,003458		
,2	1,000601	,2	1,000979	,2	1,001462	,2	1,002044	,2	1,002720	,2	1,003485		
,3	1,000612	,3	1,000993	,3	1,001480	,3	1,002065	,3	1,002745	,3	1,003513		
,4	1,000623	,4	1,001008	,4	1,001498	,4	1,002086	,4	1,002769	,4	1,003540		
12,5	1,000634	15,5	1,001022	18,5	1,001516	21,5	1,002107	24,5	1,002793	27,5	1,003567		
,6	1,000645	,6	1,001037	,6	1,001534	,6	1,002129	,6	1,002817	,6	1,003594		
,7	1,000656	,7	1,001052	,7	1,001552	,7	1,002151	,7	1,002842	,7	1,003621		
,8	1,000668	,8	1,001067	,8	1,001570	,8	1,002172	,8	1,002866	,8	1,003649		
,9	1,000679	,9	1,001082	,9	1,001589	,9	1,002194	,9	1,002891	,9	1,003676		

## Forma de operar

Se llena, con cuidado, el picnómetro con el líquido a la temperatura ambiente; se coloca el picnómetro en un recinto calorífugo; se agita el líquido, invirtiendo el aparato dos o tres veces hasta que la temperatura leída en el termómetro sea constante. Se enrasa exactamente, al borde superior del tubo lateral. Se seca este tubo lateral; se coloca el tapón receptor, se mide la temperatura t °C con el mismo cuidado que anteriormente y se seca cuidadosamente el picnómetro. Se pesa, siendo p' el peso que permite alcanzar el equilibrio de la balanza.

La diferencia entre la tara corregida y las masas añadidas representa la masa del líquido contenido en el aparato (hecha la corrección del empuje del aire).

Se calcula, entonces, la masa volúmica aparente a t °C, dividiendo esta masa por el volumen a 20 °C, y la densidad aparente d<sub>20</sub>, dividiendo esta misma masa por la masa del agua a 20 °C contenida en el picnómetro.

## 1. Corrección de la temperatura

Se corrige ρ<sub>t</sub> y d<sub>20</sub>, mediante una de las tablas de corrección que se adjuntan, según la naturaleza del líquido estudiado: vino seco (tabla II), mosto natural o concentrado (tabla III), vino dulce (tabla IV), residuos sin alcohol (vino en el que se ha eliminado el alcohol mediante destilación y cuyo residuo de destilación se ha llevado al volumen inicial) (tabla II). Para la elaboración de dichas tablas, se ha tenido en cuenta la destilación de los líquidos y del contenido a una temperatura entre t y 20 °C.

## 2. Correcciones necesarias debido a la presencia de antisépticos

La masa volúmica debe corregirse, después, de la acción del anhídrido sulfuroso, utilizando la fórmula:

$$\rho_{20} = \rho'_{20} - 0,0006 S$$

Siendo:

ρ<sub>20</sub>: la masa volúmica observada,

ρ'<sub>20</sub>: la masa volúmica corregida,

S: la cantidad de anhídrido sulfuroso total en miligramos por litro.

Si el antiséptico añadido en el momento de la toma de muestra es salicilato de sodio, en una dosis de 55 gramos por litro, la corrección adicional que debe realizarse es restar a ρ'<sub>20</sub> el valor 0,00043 ss.

Si dicho antiséptico es el ácido salicílico en una dosis de 55 gramos por litro, la corrección adicional que debe efectuarse es restar a ρ'<sub>20</sub> el valor 0,00031 ss.

Idénticas correcciones deben efectuarse sobre la densidad d<sub>20</sub>.

TABLA II

Tabla de correcciones C de temperatura sobre la masa volúmica de vinos secos y de vinos secos en los que se ha eliminado el alcohol medida en un picnómetro pìrex a t° C para referir el resultado a 20 °C

$$Q_{20} = Q_t \pm \frac{c}{1000} \begin{cases} - \text{ si } t^\circ \text{ es inferior a } 20^\circ \text{ C} \\ + \text{ si } t^\circ \text{ es superior a } 20^\circ \text{ C} \end{cases}$$

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

Nota: Se puede utilizar esta tabla para transformar la densidad d<sub>20</sub><sup>t</sup> en densidad d<sub>20</sub><sup>20</sup>.

TABLA III

Tabla de correcciones C de temperatura sobre la masa volúmica de los mostos naturales y concentrados medida a t° C mediante un picnómetro o un areómetro de vidrio pyrex, para referir el resultado a 20 °C

$$Q_{20} = Q_t \pm \frac{c}{1000} \begin{cases} - \text{ si } t^\circ \text{ es inferior a } 20^\circ \text{ C} \\ + \text{ si } t^\circ \text{ es superior a } 20^\circ \text{ C} \end{cases}$$

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

Nota: Se puede utilizar esta tabla para transformar la densidad d<sub>20</sub><sup>t</sup> en densidad d<sub>20</sub><sup>20</sup>.

TABLA IV

Tabla de correcciones C de temperatura sobre la masa volúmica de vinos de 13 % vol o mas medida con un picnómetro de pyrex a t °C para referir el resultado a 20 °C

$$Q_{20} = Q_t \pm \frac{c}{1000} \begin{cases} - \text{ si } t^\circ \text{ es inferior a } 20^\circ \text{ C} \\ + \text{ si } t^\circ \text{ es superior a } 20^\circ \text{ C} \end{cases}$$

		Vinos de 13 % vol						Vinos de 15 % vol						Vinos de 17 % vol									
		Masas volúmicas						Masas volúmicas						Masas volúmicas									
		1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	
Temperaturas	10°	2,36	2,71	3,06	3,42	3,72	3,96	4,32	2,64	2,99	3,36	3,68	3,99	4,30	4,59	2,94	3,29	3,64	3,98	4,29	4,60	4,89	
	11°	2,17	2,49	2,80	2,99	3,39	3,65	3,90	2,42	2,73	3,05	3,34	3,63	3,89	4,15	2,69	3,00	3,32	3,61	3,90	4,16	4,41	
	12°	1,97	2,25	2,53	2,79	3,05	3,29	3,52	2,19	2,47	2,75	3,01	3,27	3,51	3,73	2,42	2,70	2,98	3,24	3,50	3,74	3,96	
	13°	1,78	2,02	2,25	2,47	2,69	2,89	3,09	1,97	2,21	2,44	2,66	2,87	3,08	3,29	2,18	2,42	2,64	2,87	3,08	3,29	3,49	
	14°	1,57	1,78	1,98	2,16	2,35	2,53	2,70	1,74	1,94	2,14	2,32	2,52	2,69	2,86	1,91	2,11	2,31	2,50	2,69	2,86	3,03	
	15°	1,32	1,49	1,66	1,82	1,97	2,12	2,26	1,46	1,63	1,79	1,95	2,10	2,25	2,39	1,60	1,77	1,93	2,09	2,24	2,39	2,53	
	16°	1,08	1,22	1,36	1,48	1,61	1,73	1,84	1,18	1,32	1,46	1,59	1,71	1,83	1,94	1,30	1,44	1,58	1,71	1,83	1,95	2,06	
	17°	0,83	0,94	1,04	1,13	1,22	1,31	1,40	0,91	1,02	1,12	1,21	1,30	1,39	1,48	1,00	1,10	1,20	1,30	1,39	1,48	1,56	
	18°	0,58	0,64	0,71	0,78	0,84	0,89	0,95	0,63	0,69	0,76	0,83	0,89	0,94	1,00	0,69	0,75	0,82	0,89	0,95	1,00	1,06	
	19°	0,30	0,34	0,37	0,40	0,43	0,46	0,49	0,33	0,37	0,40	0,43	0,46	0,49	0,52	0,36	0,39	0,42	0,46	0,49	0,52	0,54	
	20°																						
	21°	0,30	0,33	0,36	0,40	0,43	0,46	0,49	0,33	0,36	0,39	0,43	0,46	0,49	0,51	0,35	0,39	0,42	0,45	0,48	0,51	0,54	
	22°	0,60	0,67	0,73	0,80	0,85	0,91	0,98	0,65	0,72	0,78	0,84	0,90	0,96	1,01	0,71	0,78	0,84	0,90	0,96	1,01	1,07	
	23°	0,93	1,02	1,12	1,22	1,30	1,39	1,49	1,01	1,10	1,20	1,29	1,38	1,46	1,55	1,10	1,19	1,29	1,38	1,46	1,55	1,63	
	24°	1,27	1,39	1,50	1,61	1,74	1,84	1,95	1,37	1,49	1,59	1,72	1,84	1,95	2,06	1,48	1,60	1,71	1,83	1,95	2,06	2,17	
	25°	1,61	1,75	1,90	2,05	2,19	2,33	2,47	1,73	1,87	2,02	2,17	2,31	2,45	2,59	1,87	2,01	2,16	2,31	2,45	2,59	2,73	
26°	1,94	2,12	2,29	2,47	2,63	2,79	2,95	2,09	2,27	2,44	2,62	2,78	2,94	3,10	2,26	2,44	2,61	2,79	2,95	3,11	3,26		
27°	2,30	2,51	2,70	2,90	3,09	3,27	3,44	2,48	2,68	2,87	3,07	3,27	3,45	3,62	2,67	2,88	3,07	3,27	3,46	3,64	3,81		
28°	2,66	2,90	3,13	3,35	3,57	3,86	4,00	2,86	3,10	3,23	3,55	3,77	3,99	4,20	3,08	3,31	3,55	3,76	3,99	4,21	4,41		
29°	3,05	3,31	3,56	3,79	4,04	4,27	4,49	3,28	3,53	3,77	4,02	4,26	4,49	4,71	3,52	3,77	4,01	4,26	4,50	4,73	4,95		
30°	3,44	3,70	3,99	4,28	4,54	4,80	5,06	3,68	3,94	4,23	4,52	4,79	5,05	5,30	3,95	4,22	4,51	4,79	5,07	5,32	5,57		

		Vinos de 19 % vol						Vinos de 21 % vol								
		Masas volúmicas						Masas volúmicas								
		1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	
Temperaturas	10°	3,27	3,62	3,97	4,30	4,62	4,92	5,21	3,62	3,97	4,32	4,66	4,97	5,27	5,56	
	11°	2,99	3,30	3,61	3,90	4,19	4,45	4,70	3,28	3,61	3,92	4,22	4,50	4,76	5,01	
	12°	2,68	2,96	3,24	3,50	3,76	4,00	4,21	2,96	3,24	3,52	3,78	4,03	4,27	4,49	
	13°	2,40	2,64	2,87	3,09	3,30	3,51	3,71	2,64	2,88	3,11	3,33	3,54	3,74	3,95	
	14°	2,11	2,31	2,51	2,69	2,88	3,05	3,22	2,31	2,51	2,71	2,89	3,08	3,25	3,43	
	15°	1,76	1,93	2,09	2,25	2,40	2,55	2,69	1,93	2,10	2,26	2,42	2,57	2,72	2,86	
	16°	1,43	1,57	1,70	1,83	1,95	2,08	2,18	1,56	1,70	1,84	1,97	2,09	2,21	2,32	
	17°	1,09	1,20	1,30	1,39	1,48	1,57	1,65	1,20	1,31	1,41	1,50	1,59	1,68	1,77	
	18°	0,76	0,82	0,88	0,95	1,01	1,06	1,12	0,82	0,88	0,95	1,01	1,08	1,13	1,18	
	19°	0,39	0,42	0,45	0,49	0,52	0,55	0,57	0,42	0,46	0,49	0,52	0,55	0,58	0,61	
	20°															
	21°	0,38	0,42	0,45	0,48	0,51	0,54	0,57	0,41	0,45	0,48	0,51	0,54	0,57	0,60	
	22°	0,78	0,84	0,90	0,96	1,02	1,07	1,13	0,84	0,90	0,96	1,02	1,08	1,14	1,19	
	23°	1,19	1,28	1,38	1,47	1,55	1,64	1,72	1,29	1,21	1,48	1,57	1,65	1,74	1,82	
	24°	1,60	1,72	1,83	1,95	2,06	2,18	2,29	1,73	1,85	1,96	2,08	2,19	2,31	2,42	
	25°	2,02	2,16	2,31	2,46	2,60	2,74	2,88	2,18	2,32	2,47	2,62	2,76	2,90	3,04	
26°	2,44	2,62	2,79	2,96	3,12	3,28	3,43	2,53	2,81	2,97	3,15	3,31	3,47	3,62		
27°	2,88	3,08	3,27	3,42	3,66	3,84	4,01	3,10	3,30	3,47	3,69	3,88	4,06	4,23		
28°	3,31	3,54	3,78	4,00	4,22	4,44	4,64	3,56	3,79	4,03	4,25	4,47	4,69	4,89		
29°	3,78	4,03	4,27	4,52	4,76	4,99	5,21	4,06	4,31	4,53	4,80	5,04	5,27	5,48		
30°	4,24	4,51	4,80	5,08	5,36	5,61	5,86	4,54	4,82	5,11	5,39	5,66	5,91	6,16		

## Ejemplos numéricos

## Establecimiento de las constantes del picnómetro

## Cálculos

## Ejemplos numéricos

1. Pesada del picnómetro lleno de aire:

$$\text{Tara} = \text{picnómetro lleno de aire} + p$$

$$p = 104,9454 \text{ g}$$

2. Pesada del picnómetro lleno de agua pura a temperatura ambiente
- $t$
- °C:

$$\text{Tara} = \text{picnómetro} + \text{agua a } t \text{ °C} + p'$$

$$\left\{ \begin{array}{l} t^\circ = 16,20 \text{ °C } p' = 1,1616 \text{ g} \\ t^\circ = 20,50 \text{ °C } p' = 1,2396 \text{ g} \\ t^\circ = 22,30 \text{ °C } p' = 1,2777 \text{ g} \end{array} \right.$$

3. Cálculo de la masa de aire
- $m$
- contenida en el picnómetro lleno de aire:

prácticamente, el volumen del picnómetro es igual a  $p-p'$  con una aproximación del 5 %.

$$\text{Por lo tanto: } m = 0,0012 (p - p')$$

$$\left\{ \begin{array}{l} m = 0,1244 \text{ g} \\ \text{Las otras dos medidas dan la misma cifra con una aproximación de } 0,0001 \end{array} \right.$$

4. Características que deben anotarse:

$$p + m = \text{tara del picnómetro vacío}$$

$$p + m = 104,9454 + 0,1244$$

tara del picnómetro vacío = 105,0698 g			
--	--	--	--

$p + m - p' =$  masa del agua pura a  $t$  °C contenida en el picnómetro (columna 3)

$t$ °C leída	$t$ °C corregida (*)	3	4
—	—	—	—
20,50	20,27	103,9082	104,0233
22,30	22,04	103,8302	104,0226
		103,7921	104,0229

$(p + m - p') \times F =$  volumen del picnómetro a 20 °C (columna 4)

volumen del picnómetro a 20 °C = 104,0229 ml
--

$(p + m - p') \times F \times 0,998\,203 =$  masa del agua pura a 20 °C contenida en el picnómetro

masa del agua pura a 20 °C = 103,8360 g
---

## Determinación de la masa volúmica de un vino seco

## Cálculos

## Ejemplos numéricos

$$\text{Tara} = \text{picnómetro} + \text{vino a } t \text{ °C} + p''$$

$$t \text{ °C} = 18,00 \text{ °C}$$

$$t \text{ °C corregida} = 17,80 \text{ °C}$$

$$p'' = 1,2622 \text{ g}$$

$$\rho_{t^\circ} = \frac{p + m - p''}{\text{volumen a } 20 \text{ °C}}$$

$$\rho_{17,80 \text{ °C}} = \frac{105,0698 - 1,2622}{104,0229}$$

$$\rho_{17,80 \text{ °C}} = 0,99793$$

Para calcular  $\rho_{20}$  hay que remitirse a la tabla II de correcciones de la temperatura para vinos secos

$$\rho_{20} = 0,99793 - \frac{0,54}{1\,000} = 0,99739$$

(\*) Corrección del termómetro.

## 1.4. PRIMER MÉTODO USUAL

**Areometría-Aparatos**

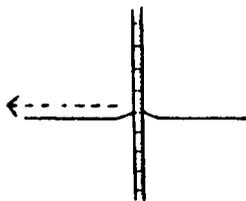
Los aparatos deben reunir las características siguientes: deben tener un cuerpo cilíndrico y un tallo de sección circular de 3 mm de diámetro, como mínimo. Para los vinos secos, debengraduarse de 0,9830 a 1,0030 en milésimas y  $\frac{1}{5}$  de milésima. Entre una milésima y la milésima siguiente debe haber, como mínimo, 5 mm. Para medir la densidad de los vinos desalcoholizados, vinos dulces y mostos, se utilizará un juego de 5 areómetros graduados de 1,0000—1,0300; 1,0300—1,0600; 1,0600—1,0900; 1,0900—1,1200; 1,1200—1,1500. Dichos aparatos se graduarán en masas volúmicas a 20 % vol, en milésimas y medias milésimas, como mínimo, estando separada cada milésima de la milésima siguiente por 3 mm, como mínimo.

Dichos areómetros deberán graduarse de forma que la lectura pueda realizarse en «la parte superior del menisco». Para evitar toda posible confusión con los areómetros graduados a 15 °C y que deben leerse al nivel de la superficie plana, la graduación en masa volúmica a 20 °C y la lectura en «la parte superior del menisco» se llevará sobre una escala graduada o sobre una banda de papel que irá sobre el cuerpo.

Dichos aparatos deben ser controlados por un servicio de Estado.

El resultado se expresará con 4 decimales y con una aproximación de  $\pm 3$  unidades de cuarto orden decimal ( $\pm 0,0003$ ).

Termómetro. — Debe utilizarse un termómetro contrastado graduado de medio en medio grado, como mínimo.

**Forma de operar**

En una probeta cilíndrica de 36 mm de diámetro interior y 320 mm de altura, mantenida verticalmente mediante un soporte con tornillos niveladores, se vierten 250 ml de vino, en el que — se introduce un areómetro de peso constante y un termómetro.

Se efectúa la lectura del termómetro un minuto después de haber agitado, para obtener una temperatura homogénea en la probeta, vino, areómetro y termómetro. Se retira el termómetro y se lee la masa volúmica aparente a  $t^\circ$  sobre el tallo del areómetro, — después de un minuto de reposo.

Se corrige, a continuación, la masa volúmica a 20° de la acción de la temperatura mediante las tablas que se aplican en los casos de vinos secos (tabla V), mostos (tabla VI) y vinos que contiene azúcar (tabla VII) (1).

Finalmente, se corrige la masa volúmica de la acción de anhídrido sulfuroso y del antiséptico eventualmente añadido para estabilizar la muestra en el momento de tomarla, como en el caso del método de referencia.

(1) En dichas tablas, la corrección C se da con 2 decimales para que pueda utilizarse si se mide la masa volúmica con un picnómetro — de vidrio ordinario. En areometría, debe expresarse la corrección C con un sola cifra decimal.

TABLA V

Tabla de correcciones C de temperatura sobre la masa volúmica de vinos secos y vinos secos en los que se ha eliminado el alcohol medida a t °C con un picnómetro de vidrio ordinario para referir el resultado a 20 °C

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000} \begin{cases} - \text{si } t' \text{ es inferior a } 20\text{ }^\circ\text{C} \\ + \text{si } t' \text{ es superior a } 20\text{ }^\circ\text{C} \end{cases}$$

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

Nota: Se puede utilizar esta tabla para convertir la densidad d<sub>20</sub><sup>t</sup> en densidad d<sub>20</sub><sup>20</sup>.

TABLA VI

Tabla de correcciones C de temperatura sobre la masa volúmica de los mostos naturales y mostos concentrados medida a t °C con un picnómetro o un areómetro de vidrio ordinario para referir el resultado a 20 °C

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000} \begin{cases} - \text{si } t' \text{ es inferior a } 20\text{ }^\circ\text{C} \\ + \text{si } t' \text{ es superior a } 20\text{ }^\circ\text{C} \end{cases}$$

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

Nota: Se puede usar esta tabla para transformar la densidad d<sub>20</sub><sup>t</sup> en densidad d<sub>20</sub><sup>20</sup>.

TABLA VII

Tabla de correcciones C de temperatura sobre la masa volúmica en vinos de 13 % vol o mas medida a t° con un areómetro o picnómetro de vidrio ordinario para referir el resultado a 20 °C

$$Q_{20} = Q_t \pm \frac{c}{1000} \begin{cases} - \text{si } t^\circ \text{ es inferior a } 20^\circ \text{C} \\ + \text{si } t^\circ \text{ es superior a } 20^\circ \text{C} \end{cases}$$

Temperaturas	Vinos de 13 % vol							Vinos de 15 % vol							Vinos de 17 % vol						
	Masas volúmicas							Masas volúmicas							Masas volúmicas						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	2,24	2,58	2,93	3,27	3,59	3,89	4,18	2,51	2,85	3,20	3,54	3,86	4,02	4,46	2,81	3,15	3,50	3,84	4,15	4,45	4,74
11°	2,06	2,37	2,69	2,97	3,26	3,53	3,78	2,31	2,61	2,93	3,21	3,51	3,64	4,02	2,57	2,89	3,20	3,49	3,77	4,03	4,28
12°	1,87	2,14	2,42	2,67	2,94	3,17	3,40	2,09	2,36	2,64	2,90	3,16	3,27	3,61	2,32	2,60	2,87	3,13	3,39	3,63	3,84
13°	1,69	1,93	2,14	2,37	2,59	2,80	3,00	1,88	2,12	2,34	2,56	2,78	2,88	3,19	2,09	2,33	2,55	2,77	2,98	3,19	3,39
14°	1,49	1,70	1,90	2,09	2,27	2,44	2,61	1,67	1,86	2,06	2,25	2,45	2,51	2,77	1,83	2,03	2,23	2,42	2,61	2,77	2,94
15°	1,25	1,42	1,59	1,75	1,90	2,05	2,19	1,39	1,56	1,72	1,88	2,03	2,11	2,32	1,54	1,71	1,87	2,03	2,18	2,32	2,47
16°	1,03	1,17	1,30	1,43	1,55	1,67	1,78	1,06	1,27	1,40	1,53	1,65	1,77	1,88	1,25	1,39	1,52	1,65	1,77	1,89	2,00
17°	0,80	0,90	1,00	1,09	1,17	1,27	1,36	0,87	0,98	1,08	1,17	1,26	1,35	1,44	0,96	1,06	1,16	1,26	1,35	1,44	1,52
18°	0,54	0,61	0,68	0,75	0,81	0,86	0,92	0,60	0,66	0,73	0,80	0,86	0,91	0,97	0,66	0,72	0,79	0,86	0,92	0,97	1,03
19°	0,29	0,33	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,32	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,51	0,35	0,38	0,41	0,45	0,48	0,51	0,53
20°																					
21°	0,29	0,32	0,35	0,39	0,42	0,45	0,47	0,32	0,35	0,38	0,42	0,45	0,48	0,50	0,34	0,38	0,41	0,44	0,47	0,50	0,53
22°	0,57	0,64	0,70	0,76	0,82	0,88	0,93	0,63	0,69	0,75	0,81	0,87	0,93	0,98	0,68	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	1,04
23°	0,89	0,98	1,08	1,17	1,26	1,34	1,43	0,97	1,06	1,16	1,25	1,34	1,42	1,51	1,06	1,15	1,25	1,34	1,42	1,51	1,59
24°	1,22	1,34	1,44	1,56	1,68	1,79	1,90	1,32	1,44	1,54	1,66	1,78	1,89	2,00	1,43	1,55	1,65	1,77	1,89	2,00	2,11
25°	1,61	1,68	1,83	1,98	2,12	2,26	2,40	1,66	1,81	1,96	2,11	2,25	2,39	2,52	1,80	1,94	2,09	2,24	2,39	2,52	2,66
26°	1,87	2,05	2,22	2,40	2,56	2,71	2,87	2,02	2,20	2,37	2,54	2,70	2,85	3,01	2,18	2,36	2,53	2,71	2,86	3,02	3,17
27°	2,21	2,42	2,60	2,80	3,00	3,18	3,35	2,39	2,59	2,78	2,98	3,17	3,35	3,52	2,58	2,78	2,97	3,17	3,36	3,54	3,71
28°	2,56	2,80	3,02	3,25	3,47	3,67	3,89	2,75	2,89	3,22	3,44	3,66	3,86	4,07	2,97	3,21	3,44	3,66	3,88	4,09	4,30
29°	2,93	3,19	3,43	3,66	3,91	4,14	4,37	3,16	3,41	3,65	3,89	4,13	4,36	4,59	3,40	3,66	3,89	4,13	4,38	4,61	4,82
30°	3,31	3,57	3,86	4,15	4,41	4,66	4,92	3,55	3,81	4,10	4,38	4,66	4,90	5,16	3,82	4,08	4,37	4,65	4,93	5,17	5,42

Temperaturas	Vinos de 19 % vol							Vinos de 21 % vol						
	Masas volúmicas							Masas volúmicas						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	3,14	3,48	3,83	4,17	4,48	4,78	5,07	3,50	3,84	4,19	4,52	4,83	5,12	5,41
11°	2,87	3,18	3,49	3,78	4,06	4,32	4,57	3,18	3,49	3,80	4,09	4,34	4,63	4,88
12°	2,58	2,86	3,13	3,39	3,65	3,88	4,10	2,86	3,13	3,41	3,67	3,92	4,15	4,37
13°	2,31	2,55	2,77	2,99	3,20	3,41	3,61	2,56	2,79	3,01	3,23	3,44	3,65	3,85
14°	2,03	2,23	2,43	2,61	2,80	2,96	3,13	2,23	2,43	2,63	2,81	3,00	3,16	3,33
15°	1,69	1,86	2,02	2,18	2,33	2,48	2,62	1,86	2,03	2,19	2,35	2,50	2,65	2,80
16°	1,38	1,52	1,65	1,78	1,90	2,02	2,13	1,51	1,65	1,78	1,91	2,03	2,15	2,26
17°	1,06	1,16	1,26	1,35	1,44	1,53	1,62	1,15	1,25	1,35	1,45	1,54	1,63	1,71
18°	0,73	0,79	0,85	0,92	0,98	1,03	1,09	0,79	0,85	0,92	0,98	1,05	1,10	1,15
19°	0,38	0,41	0,44	0,48	0,51	0,52	0,56	0,41	0,44	0,47	0,51	0,54	0,57	0,59
20°														
21°	0,37	0,41	0,44	0,47	0,50	0,53	0,56	0,41	0,44	0,47	0,51	0,54	0,57	0,59
22°	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	1,04	1,10	0,81	0,88	0,94	1,00	1,06	1,10	1,17
23°	1,15	1,30	1,34	1,43	1,51	1,60	1,68	1,25	1,34	1,44	1,63	1,61	1,70	1,78
24°	1,55	1,67	1,77	1,89	2,00	2,11	2,23	1,68	1,80	1,90	2,02	2,13	2,25	2,36
25°	1,95	2,09	2,24	2,39	2,53	2,67	2,71	2,11	2,25	2,40	2,55	2,69	2,83	2,97
26°	2,36	2,54	2,71	2,89	3,04	3,20	3,35	2,55	2,73	2,90	3,07	3,22	3,38	3,54
27°	2,79	2,99	3,18	3,38	3,57	3,75	3,92	3,01	3,20	3,40	3,59	3,78	3,96	4,13
28°	3,20	3,44	3,66	3,89	4,11	4,32	4,53	3,46	3,69	3,93	4,15	4,36	4,58	4,77
29°	3,66	3,92	4,15	4,40	4,64	4,87	5,08	3,95	4,20	4,43	4,68	4,92	5,15	5,36
30°	4,11	4,37	4,66	4,94	5,22	5,46	5,71	4,42	4,68	4,97	5,25	5,53	5,77	6,02

## CONVERSIÓN DE LA DENSIDAD RELATIVA EN MASA VOLÚMICA

TABLA VIII

Cálculo de la masa volúmica  $\rho_{20}$  a partir de la densidad relativa y recíprocamente <sup>(1)</sup>

$$\rho_{20} = 0,998203 d_{20}^{20} \quad \text{y} \quad d_{20}^{20} = 1,001800 \rho_{20}$$

$$\text{Simplificando: } \rho_{20} = d_{20}^{20} - \frac{c}{1\,000}$$

Densidades	0,960	0,980	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100
Correcciones c	1,73	1,76	1,80	1,84	1,87	1,91	1,94	1,98
Densidades	1,120	1,140	1,160	1,180	1,200	1,220	1,240	1,260
Correcciones c	2,02	2,05	2,09	2,12	2,16	2,20	2,23	2,27
Densidades		1,280	1,300	1,320	1,340	1,360	1,380	1,400
Correcciones c		2,30	2,34	2,38	2,41	2,45	2,48	2,52

CORRESPONDENCIA ENTRE LAS DENSIDADES CORREGIDAS DEL EMPUJE DEL AIRE Y LAS DENSIDADES NO CORREGIDAS DE ESTE EMPUJE Y RECÍPROCAMENTE

TABLA IX

Transformación de densidades medidas al aire en densidades medidas a vacío

$$d(\text{vacío}) = d(\text{aire}) + c/1\,000, \text{ válida para } 15\text{ }^{\circ}\text{C y } 20\text{ }^{\circ}\text{C}$$

d	c	d	c
0,80	0,24	1,01	- 0,01
0,81	0,23	1,02	- 0,02
0,82	0,22	1,03	- 0,04
0,83	0,20	1,04	- 0,05
0,84	0,19	1,05	- 0,06
0,85	0,18	1,06	- 0,07
0,86	0,17	1,07	- 0,08
0,87	0,16	1,08	- 0,10
0,88	0,15	1,09	- 0,11
0,89	0,13	1,10	- 0,12
0,90	0,12	1,11	- 0,13
0,91	0,11	1,12	- 0,15
0,92	0,10	1,13	- 0,16
0,93	0,09	1,14	- 0,17
0,94	0,07	1,15	- 0,18
0,95	0,06	1,16	- 0,19
0,96	0,05	1,17	- 0,20
0,97	0,04	1,18	- 0,22
0,98	0,02	1,19	- 0,23
0,99	0,01	1,20	- 0,24

<sup>(1)</sup> Las densidades 15/4 °C y 20/4 °C son prácticamente iguales a las masas volúmicas a 15 y 20 °C. En todo rigor, difieren en  $27 \cdot 10^{-6}$ , siendo la masa volúmica del agua a 4 °C igual a 0,999973 g/ml o g/cm<sup>3</sup> (el mililitro se define actualmente como igual a 1 cm<sup>3</sup>)

Por lo tanto:  $\rho_{20} = 0,998203 d_{20}^{20}$  (o  $d_{20}^{20} = 1,001800 \rho_{20}$ )

mientras:  $d_{20}^{20} = 0,998230 d_{20}^{20}$  (o  $d_{20}^{20} = 1,001773 d_{20}^{20}$ )

igualmente:  $d_{15}^{15} = 0,999130 d_{15}^{15} = 1,000870 d_{15}^{15}$

## 1.5. APÉNDICE AL METODO DE REFERENCIA: PICNOMETRÍA CON BALANZA MONOPLATO

**Principio**

El método de referencia para la determinación de la masa volúmica de mostos y vinos y para la determinación del grado alcohólico de vinos prevé la utilización de una balanza con 2 platos y de un picnómetro con un frasco tara del mismo volumen exterior que el picnómetro, para anular el empuje del aire en cada momento. Esta técnica sencilla puede aplicarse con una balanza monoplato pesando además el frasco tara para poder seguir las variaciones del empuje del aire en el tiempo:

- cuando se establezcan las constantes del picnómetro: peso del picnómetro vacío, volumen a 20 °C, se determinará el peso  $T_0$  del frasco tara,
- cuando se determine una masa volúmica, se determinará el nuevo peso  $T_1$  del frasco tara y se corregirá el peso del picnómetro lleno de líquido del valor algebraico de la diferencia entre  $T_0$  y  $T_1$ . Los demás cálculos no sufren ninguna variación.

**Forma de operar**1. *Calibrado del picnómetro*

*Establecer una vez para siempre las siguientes características del picnómetro:*

- su peso vacío de aire  $P_0$ ,
- su volumen a 20 °C  $V_{20}$ ,
- al mismo tiempo, anotar, con exactitud, el peso del frasco tara  $T_0$ .

El peso del frasco tara  $T_0$  se obtiene pesándolo con una aproximación de una décima de mg.

El peso del picnómetro vacío de aire  $P_0$  es el peso  $P$  del picnómetro limpio y seco, lleno de aire, disminuido de la masa  $m$  de aire que contiene. La masa  $m$  de aire se obtiene multiplicando la masa volúmica del aire por el volumen del picnómetro. En condiciones medias de temperatura y presión, puede adoptarse para la masa volúmica del aire el valor 0,0012 g/ml. Por otro lado, y para el cálculo de  $m$ , puede considerarse que el volumen del picnómetro es numéricamente igual a  $P_1 - P$ , siendo  $P_1$  el peso del picnómetro lleno de agua obtenido durante la determinación de la masa con agua de picnómetro a  $t$  °C.

$$\text{Por lo tanto: } P_0 = P - m, \text{ con } m = 0,0012 (P_1 - P)$$

Para obtener el volumen del picnómetro a 20 °C, determinar el peso  $P_1$  del picnómetro lleno de agua exenta de carbónico a  $t$  °C y enrasado.

Dicha temperatura debe medirse con una aproximación de 2 centésimas de °C.

La masa  $M_1$  del agua a  $t$  °C, contenida en el picnómetro es igual a

$$M_1 = P_1 - P_0$$

Multiplicando  $M_1$  por el factor  $F$  (producto de la inversa de la masa volúmica del agua a  $t$  °C por la relación de los volúmenes del picnómetro de  $t$  °C y a 20 °C) dado en la tabla I (página 5), se obtiene el volumen del picnómetro a 20 °C:

$$V_{20} = F (P_1 - P_0)$$

2. *Determinación de una masa volúmica*

En el momento de la determinación, se pesa el frasco tara con una aproximación de 1 décima de mg: siendo  $T_1$  este peso.

Se pesa a continuación el picnómetro lleno de líquido (mosto, vino o destilado) a  $t$  °C, siendo  $P_2$  este peso.

Se calcula entonces la diferencia:  $dT = T_1 - T_0$ , que representa la variación del empuje del aire.

La masa  $L_1$  del líquido contenido en el picnómetro a  $t$  °C es igual a:  $L_1 = P_2 - (P_0 + dT)$

Evidentemente es necesario respetar el signo de  $dT$ .

La masa volúmica aparente  $\rho_1$  es igual a la relación de  $L_1$  a  $V_{20}$

$$\rho_1 = \frac{P_2 - (P_0 + dT)}{V_{20}}$$

Conociendo la masa volúmica aparente a  $t$  °C, se determina la masa volúmica a 20 °C del líquido estudiado: vino seco, mosto natural y concentrado, vino dulce, residuo sin alcohol, tal como se indica en la página 5.

#### Ejemplo numérico

##### 1. Calibrado del picnómetro:

Peso del frasco tara:	$T_2$	=	171,9160
Peso del picnómetro lleno de aire:	$P$	=	67,7913
Peso del picnómetro lleno de agua a 21,65 °C:	$P_1$	=	169,2715
Masa de aire contenido en el picnómetro:	$m$	=	0,0012 (169,2715 — 67,7913) = 0,1218
Peso del picnómetro vacío:	$P_0$	=	67,7913 — 0,1218 = 67,6695
Volumen del picnómetro de 20 °C:	$V_{20^\circ\text{C}}$	=	10,002140 (169,2715 — 67,6695) = 101,8194 ml ou 0,1018194 dm <sup>3</sup>

##### 2. Determinación de la masa volúmica aparente de vino:

Peso del frasco tara en el momento de la determinación:	$T_1$	=	171,9178
Picnómetro lleno de vino a 18 °C:	$P_2$	=	169,2799
Variación del empuje del aire:	$dT$	=	171,9178 — 171,9160 = + 0,0018
Masa del vino a 18 °C:	$L_t$	=	169,2799 — (67,6695 + 0,0018) = 101,6086
Masa volúmica aparente del vino a 18 °C:	$\rho_{18^\circ\text{C}}$	=	$\frac{101,6086}{101,8194} = 0,99793$ g/ml

##### 3. Cálculo de la masa volúmica a 20 °C.

Proceder tal como se indica en la página 5.

## SEGUNDO MÉTODO USUAL

### Densidad con balanza hidrostática

#### Aparato y calibrado del flotador

La balanza hidrostática, cuya capacidad máxima sea al menos 100 g, debe tener una sensibilidad de una décima de miligramos.

Debajo de cada plato se fija un flotador de vidrio pyrex (\*) que tenga un volumen de 20 ml, como mínimo. Es preferible un volumen de 50 o 100 ml. Estos dos flotadores idénticos deben estar suspendidos de un hilo de diámetro inferior o igual a 0,1 mm.

El flotador suspendido debajo del plato de la derecha debe poder introducirse en una probeta cilíndrica que lleve una marca de nivel.

Dicha probeta debe tener un diámetro interior superior en 6 mm, como mínimo, al del flotador. Este último debe poder introducirse — totalmente en el volumen de la probeta situado debajo de la marca, debiendo atravesar la superficie del líquido únicamente el hilo de suspensión. La temperatura del líquido contenido en la probeta se medirá mediante un termómetro graduado en quintos de grado.

(\*) Pueden utilizarse flotadores de vidrio ordinario; uno de ellos, el destinado a ser sumergido en el líquido cuya masa volúmica se quiere medir, puede llevar un termómetro para medir la temperatura del líquido. Pero en este caso, debe tararse el flotador a 20 °C, dado que los coeficientes  $F$  no han sido calculados para recipientes o flotadores de vidrio ordinario, cuyo coeficiente de dilatación es mayor que el del vidrio pyrex.

**Tarado del aparato**

Con los dos flotadores suspendidos se equilibra la balanza colocando sobre el plato de la derecha las masas p.

Se llena la probeta de agua pura hasta la marca, se mide la temperatura t °C después de agitar y dejar reposar durante 2 o 3 minutos. Se restablece el equilibrio mediante masas que se colocan en el plato de la derecha, siendo p' estas masas.

El volumen del flotador a 20 °C es igual a (1):  $V_{20} = (p' - p) (F + 0,0012)$ .

Siendo F el factor dado por la tabla I.

p y  $V_{20}$  son las características del flotador, pues no varían con el empuje del aire, compensando este empuje el flotador tara del plato de la izquierda.

**Forma de operar**

El flotador de la derecha se sumerge en la probeta llena de vino (o de mosto) hasta la marca. Sea t °C la temperatura del vino (o del mosto) y p'' las masas que restablecen el equilibrio. La masa volúmica aparente  $\rho_t$  se obtiene mediante la fórmula:

$$\rho_t = \frac{(p'' - p)}{V} + 0,0012$$

Esta masa volúmica se puede referir a 20 °C utilizando una de las tablas II, III o IV, si el flotador es de vidrio pyrex o una de las tablas V, VI o VII si el flotador es de vidrio ordinario.

Se autoriza el empleo de una balanza hidrostática automática siempre que su uso permita la determinación de la masa volúmica a 20 °C con la misma precisión.

(1) Es volumen ficticio, dado que no se ha tenido en cuenta el empuje del aire sobre las masas añadidas. Es preferible conservar este volumen ficticio para no tener que introducir una corrección de la misma naturaleza, pero inversa, sobre la pesada principal. Puede obtenerse el volumen real multiplicando  $V_{20}$  por 0,999857.

## 2. GRADO ALCOHÓLICO VOLUMÉTRICO

### 2.1. DEFINICIÓN

El grado alcohólico volumétrico adquirido se expresa mediante el símbolo «% vol». Es igual al número de litros de alcohol etílico <sup>(1)</sup> contenidos en 100 l de producto, medidos ambos volúmenes a la temperatura de 20 °C <sup>(2)</sup>.

### 2.2. FUNDAMENTO DE LOS MÉTODOS

#### 1. Para los vinos:

- a) Método de referencia: doble destilación y medida de la densidad del destilado mediante picnometría. Grado determinado con una aproximación de 0,05 % vol;
- b) Métodos usuales:
  - primer método usual: destilación simple del líquido alcalinizado, medida del grado mediante areometría. Grado determinado con una aproximación de 0,1 % vol;
  - segundo método usual: destilación simple del líquido alcalinizado, medida del grado mediante balanza hidrostática. Grado determinado con una aproximación de 0,1 % vol.

#### 2. Para los mostos y mostos parcialmente fermentados con un grado alcohólico volumétrico adquirido inferior o igual a 6 % vol:

- a) Método de referencia: método de determinación química del alcohol;
- b) Métodos usuales: los métodos citados en la letra a) bb).

### 2.3. MÉTODO DE REFERENCIA PARA VINOS

#### Aparatos

1. Aparato de destilación: Se compone de una matraz esférico de 1 000 ml de boca normalizada sobre el que se coloca una columna rectificadora de 20 cm de longitud o, en su caso, una bola Kjeldahl para impedir el arrastre. Para evitar toda pirogenación de las materias extractivas, debe colocarse dicho matraz esférico sobre un disco con orificio central de 8 cm de diámetro y calentar con mechero. El vapor pasa a través de un refrigerante de West <sup>(3)</sup> colocado verticalmente.

El destilado se lleva al fondo del matraz receptor mediante un tubo afilado. En verano, debe sumergirse este matraz en agua helada.

Puede utilizarse cualquier otro modelo de apartado de destilación, cualquier otro sistema de retención de los vapores de alcohol o emplear el arrastre por vapor de agua para destilar el alcohol, siempre que el aparato utilizado, con arreglo al sistema adoptado, responda al ensayo siguiente: 200 ml de mezcla hidroalcohólica de 10 % vol destilada cinco veces seguidas debe presentar un grado alcohólico de 9,9 % vol, como mínimo, es decir, que no debe producirse una pérdida de alcohol superior a 0,02 % vol durante una destilación.

2. Picnómetro: Este aparato es idéntico al indicado para la medida de las masa volúmica; la tara debe tener una masa ligeramente superior (1 o 2 g como máximo) a la del picnómetro lleno de agua. Se calibrará como se indica para dicha medida (capítulo «masa volúmica y densidad relativa  $\frac{\rho}{\rho_0}$ » p. 3).

#### Forma de operar

En los vinos jóvenes o espumosos se elimina la mayor cantidad posible de gas carbónico, agitando 250 ml de vino en un frasco de 500 ml, previamente siliconado su interior con 3 gotas de una solución de silicona al 1 % y perfectamente seco.

1. Destilación. — En un matraz aforado de 200 ml cuyo cuello debe tener 12 mm, como máximo, de diámetro interior, medir el vino objeto de análisis y anotar la temperatura. Puede utilizarse, sin ningún inconveniente, un volumen menor o mayor, pero al menos igual a 150 ml.

<sup>(1)</sup> Como, en la práctica, no se separa exactamente el alcohol etílico de sus homólogos existentes en pequeña cantidad en el vino, se mide el conjunto de los alcoholes volátiles como alcohol etílico. Asimismo, el alcohol de los ésteres está incluido en el grado alcohólico volumétrico.

<sup>(2)</sup> Puede expresarse igualmente la cantidad de alcohol en gramos por litro a 20 °C, multiplicando el grado alcohólico volumétrico por el factor 7,8924.

<sup>(3)</sup> Este refrigerante consta de un cilindro de vidrio delgado, colocado dentro de una camisa de vidrio cuyo diámetro interior es únicamente 1 mm superior al diámetro del cilindro que debe refrigerarse. De este modo, el agua fría circula con rapidez contra la pared que debe refrigerarse.

Verter dicho vino en el matraz de destilación del aparato en el que se habrán colocado una decena de fragmentos de materia porosa inerte (porcelana, vidrio, piedra pomez, etc...). Lavar el matraz cuatro veces con 5 ml de agua. Añadir 10 ml de lechada de cal de 120 g de CaO por litro. La alcalinidad del medio debe hacer virar la materia colorante del vino. En casos de vinos muy ácidos, picados, etc., añadir lechada de cal hasta franca alcalización comprobada con fenolftaleína mediante toques externos. Recoger el destilado en un matraz de 200 ml que contenga aproximadamente 10 ml de agua pura en la que debe estar sumergido el tubo afilado prolongación del refrigerante. Debe recogerse un volumen igual a las tres cuartas partes, aproximadamente, del volumen inicial.

Volver a destilar este destilado, pero añadiendo al matraz de destilación 1 ml de ácido sulfúrico al 10 % y los fragmentos de materia porosa inerte seca necesarios para activar la destilación, lavando otras cuatro veces el matraz con 5 ml de agua.

Recoger este nuevo destilado en el mismo matraz que sirvió para la medida del volumen de vino utilizado y al cual se habrá añadido 10 ml de agua destilada. Después de agitar enrasar a una temperatura igual a la inicial, con una aproximación de  $\pm 2^\circ\text{C}$ .

2. Medida de la masa volúmica del destilado. — Se llena con cuidado el picnómetro con el destilado a temperatura ambiente; se coloca el picnómetro en el recinto calorífugo; se agita el líquido, invirtiendo el aparato dos o tres veces hasta que se establezca la temperatura leída en el termómetro. Se enrasa exactamente al borde superior del tubo lateral. Se seca dicho tubo lateral; se coloca el tapón receptor, se anota la temperatura  $t^\circ$  con el mismo cuidado que anteriormente y se seca asimismo el picnómetro con mucho cuidado. Se pesa, siendo  $p''$  el peso que establece el equilibrio.

La diferencia  $p + m - p''$  entre la tara corregida y la masa  $p''$  da la masa del líquido contenido en el aparato (hecha la corrección del empuje del aire).

Se calcula entonces la masa volúmica aparente  $\rho$ , dividiendo dicha masa por el volumen a  $20^\circ\text{C}$ .

3. Uso de la tabla de masas volúmicas aparentes  $\rho$ , de mezclas hidroalcohólicas deducida de la tabla internacional. En la línea horizontal de la tabla correspondiente a la parte entera de la temperatura inmediatamente inferior a  $t^\circ$ , se busca la menor masa volúmica superior a  $\rho$ . Se emplea la diferencia tabular leída debajo de esta masa volúmica para calcular la masa volúmica  $\rho$  a dicha parte entera de la temperatura.

En la línea de esta parte entera de la temperatura, se lee la diferencia entre la masa volúmica  $\rho'$  de la tabla, inmediatamente superior a  $\rho$  y la masa volúmica calculada. Se divide esta diferencia por la diferencia tabular leída a la derecha de la masa volúmica  $\rho'$ . El cociente da la parte decimal del grado alcohólico, mientras que la parte entera de este grado viene indicada en la cabecera de la columna en la que se encuentra la masa volúmica  $\rho'$ .

*Nota:*

Puede evitarse todo cálculo en las medidas diarias, calculando una tabla particular para cada picnómetro, que facilite los pesos  $p''$  que restablecen el equilibrio de la balanza para cada grado alcohólico y cada temperatura (por grados enteros).

Dicha tabla se calcula mediante la tabla de las masas volúmicas aparentes por grados alcohólicos y grados enteros de temperatura multiplicando las masas volúmicas de la tabla por el volumen del picnómetro a  $20^\circ\text{C}$  y restando estas masas del peso  $p + m$ .

De esta tabla calculada para cada % vol de alcohol y cada grado entero de temperatura, podrá deducirse por interpolación aritmética los pesos  $p''$  por décimas de % vol de alcohol y décimas de grado de temperatura, si se estimare conveniente.

## Ejemplo de cálculo del grado alcohólico de un vino

Las constantes del picnómetro se han determinado y calculado como se indica en el capítulo «masa volúmica y densidad».

*Cálculo**Ejemplo numérico*

## 1. Pesada del picnómetro lleno de destilado

Tara = picnómetro + destilado a  
 $t^{\circ}\text{C} + p^{\circ}$

$p + m - p^{\circ} =$  masa del destilado a  $t^{\circ}\text{C}$

Masa volúmica aparente a  $t^{\circ}\text{C}$

$$\rho_t = \frac{p + m - p^{\circ}}{\text{volumen del picnómetro a } 20^{\circ}\text{C}}$$

$$\left\{ \begin{array}{l} t^{\circ}\text{C} = 18,90^{\circ}\text{C} \\ t^{\circ}\text{C corregida} = 18,70^{\circ}\text{C} \\ p^{\circ} = 2,8074 \text{ g} \\ 105,0698 - 2,8074 = 102,2624 \text{ g} \end{array} \right.$$

$$\rho_{18,70^{\circ}\text{C}} = \frac{102,2624}{104,0229} = 0,983076$$

## 2. Cálculo del grado alcohólico

En la línea de  $18^{\circ}\text{C}$  de la tabla de masas volúmicas aparentes, la menor masa superior a la masa observada 0,983076 es 0,98398, en la columna 11 % vol.

Se utiliza la tabla de masas volúmicas aparentes de la mezclas hidroalcohólicas a diferentes temperaturas, como se indica anteriormente.

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{La masa volúmica a } 18^{\circ}\text{C es:} \\ (98307,6 + 0,7 \times 22) 10^{-5} = 0,98323 \\ 0,98398 - 0,98323 = 0,00075 \end{array} \right.$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{La parte decimal del grado alcohólico es} \\ 75/116 = 0,65 \end{array} \right.$$

El grado alcohólico es: 11,65 % vol.

GRADO ALCOHÓLICO INTERNACIONAL A 20 °C

Tabla de las masas volúmicas aparentes de las mezclas hidroalcohólicas – Picnómetro de pyrex – Masas volúmicas a t°, corregido el empuje del aire

Grado alcohólico volumétrico en % vol

		0		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10		11	
Temperatura	0	999,64	1,50	998,14	1,44	996,70	1,40	995,30	1,35	993,95	1,30	992,65	1,24	991,41	1,19	990,22	1,14	989,08	1,10	987,98	1,05	986,93	1,00	985,93	0,95
	1	+ 0,07 999,71 + 0,05	1,51	+ 0,06 998,20 + 0,05	1,44	+ 0,06 996,76 + 0,04	1,40	+ 0,06 995,36 + 0,04	1,35	+ 0,06 994,01 + 0,04	1,30	+ 0,06 992,71 + 0,04	1,24	+ 0,06 991,47 + 0,03	1,20	+ 0,05 990,27 + 0,03	1,15	+ 0,04 989,12 + 0,02	1,11	+ 0,03 988,01 + 0,02	1,06	+ 0,02 986,95 + 0,01	1,01	+ 0,01 985,94 0,00	0,97
	2	999,76 + 0,03	1,51	998,25 + 0,03	1,45	996,80 + 0,03	1,40	995,40 + 0,02	1,35	994,05 + 0,02	1,30	992,75 + 0,02	1,25	991,50 + 0,02	1,20	990,30 + 0,01	1,16	989,14 + 0,01	1,11	988,03 0,00	1,07	986,96 0,01	1,02	985,94 0,02	0,98
	3	999,79 + 0,02	1,51	998,28 + 0,02	1,45	996,83 + 0,01	1,41	995,42 + 0,02	1,35	994,07 + 0,01	1,30	992,77 + 0,01	1,25	991,52 0,00	1,21	990,31 0,00	1,16	989,15 0,01	1,12	988,03 0,02	1,08	986,95 0,03	1,03	985,92 0,04	1,00
	4	999,81 0,00	1,51	998,30 0,00	1,46	996,84 0,00	1,40	995,44 0,00	1,36	994,08 0,01	1,30	992,78 0,02	1,26	991,52 0,02	1,21	990,31 0,02	1,17	989,14 0,02	1,13	988,01 0,03	1,09	986,92 0,04	1,04	985,88 0,05	1,00
	5	999,81	1,51	998,30	1,46	996,84	1,40	995,44	1,37	994,07	1,31	992,76	1,26	991,50	1,21	990,29	1,17	989,12	1,14	987,98	1,10	986,88	1,05	985,83	1,01
	6	0,01 999,80 0,03	1,51	0,01 998,29 0,03	1,46	0,01 996,83 0,03	1,41	0,02 995,42 0,03	1,36	0,01 994,06 0,04	1,32	0,02 992,74 0,04	1,27	0,03 991,47 0,04	1,22	0,04 990,25 0,05	1,18	0,05 989,07 0,06	1,14	0,05 987,93 0,07	1,10	0,05 986,83 0,08	1,06	0,06 985,77 0,09	1,03
	7	999,77 0,05	1,51	998,26 0,04	1,46	996,80 0,04	1,41	995,39 0,05	1,37	994,02 0,05	1,32	992,70 0,05	1,27	991,43 0,05	1,23	990,20 0,06	1,19	989,01 0,06	1,15	987,86 0,07	1,11	986,75 0,08	1,07	985,68 0,09	1,03
	8	999,72 0,05	1,50	998,22 0,06	1,46	996,76 0,06	1,42	995,34 0,06	1,37	993,97 0,06	1,32	992,65 0,06	1,27	991,38 0,07	1,24	990,14 0,07	1,19	988,95 0,08	1,16	987,79 0,09	1,12	986,67 0,10	1,08	985,59 0,11	1,05
	9	999,67 0,07	1,51	998,16 0,07	1,46	996,70 0,07	1,42	995,28 0,07	1,37	993,91 0,07	1,32	992,59 0,08	1,28	991,31 0,08	1,24	990,07 0,09	1,20	988,87 0,09	1,17	987,70 0,10	1,13	986,57 0,11	1,09	985,48 0,12	1,06
	10	999,60	1,51	998,09	1,46	996,63	1,42	995,21	1,37	993,84	1,33	992,51	1,28	991,23	1,25	989,98	1,20	988,78	1,17	987,60	1,14	986,46	1,10	985,36	1,06
	11	0,09 999,51 0,10	1,51	0,09 998,00 0,09	1,46	0,09 996,54 0,09	1,41	0,08 995,13 0,10	1,38	0,09 993,75 0,10	1,33	0,09 992,42 0,11	1,29	0,10 991,13 0,11	1,25	0,10 989,88 0,11	1,21	0,11 988,67 0,12	1,18	0,11 987,49 0,13	1,15	0,12 986,34 0,13	1,11	0,13 985,23 0,14	1,07
	12	999,41 0,11	1,50	997,91 0,11	1,46	996,45 0,11	1,42	995,03 0,11	1,38	993,65 0,11	1,34	992,31 0,11	1,29	991,02 0,12	1,25	989,77 0,12	1,22	988,55 0,13	1,19	987,36 0,14	1,16	986,21 0,15	1,12	985,09 0,16	1,09
	13	999,30 0,12	1,50	997,80 0,12	1,46	996,34 0,12	1,42	994,92 0,13	1,38	993,54 0,13	1,34	992,20 0,13	1,30	990,90 0,13	1,25	989,65 0,14	1,23	988,42 0,14	1,20	987,22 0,15	1,16	986,06 0,16	1,13	984,93 0,16	1,09
	14	999,18 0,13	1,50	997,68 0,14	1,46	996,22 0,14	1,43	994,79 0,13	1,38	993,41 0,13	1,34	992,07 0,14	1,30	990,77 0,14	1,26	989,51 0,15	1,23	988,28 0,16	1,21	987,07 0,16	1,17	985,90 0,17	1,13	984,77 0,18	1,11
	15	999,05	1,51	997,54	1,46	996,08	1,42	994,66	1,38	993,28	1,35	991,93	1,30	990,63	1,27	989,36	1,24	988,12	1,21	986,91	1,18	985,73	1,14	984,59	1,12
	16	0,15 998,90 0,16	1,50	0,14 997,40 0,16	1,46	0,14 995,94 0,16	1,43	0,15 994,51 0,16	1,38	0,15 993,13 0,16	1,35	0,15 991,78 0,17	1,31	0,16 990,47 0,17	1,27	0,16 989,20 0,18	1,25	0,17 987,95 0,18	1,21	0,17 986,74 0,19	1,19	0,18 985,55 0,20	1,15	0,19 984,40 0,21	1,13
	17	998,74 0,17	1,50	997,24 0,17	1,46	995,78 0,17	1,43	994,35 0,16	1,38	992,97 0,17	1,36	991,61 0,17	1,31	990,30 0,18	1,28	989,02 0,18	1,25	987,77 0,19	1,22	986,55 0,20	1,19	985,36 0,21	1,16	984,20 0,22	1,14
	18	998,57 0,18	1,50	997,07 0,18	1,46	995,61 0,18	1,42	994,19 0,19	1,39	992,80 0,19	1,36	991,44 0,19	1,32	990,12 0,19	1,28	988,84 0,20	1,26	987,58 0,20	1,23	986,35 0,21	1,20	985,15 0,22	1,17	983,98 0,23	1,14
	19	998,39 0,19	1,50	996,89 0,19	1,46	995,43 0,19	1,43	994,00 0,19	1,39	992,61 0,19	1,36	991,25 0,19	1,32	989,93 0,20	1,29	988,64 0,20	1,26	987,38 0,21	1,23	986,15 0,22	1,21	984,94 0,23	1,18	983,76 0,24	1,16
	20	998,20	1,50	996,70	1,46	995,24	1,43	993,81	1,39	992,42	1,36	991,06	1,33	989,73	1,29	988,44	1,27	987,17	1,24	985,93	1,22	984,71	1,19	983,52	1,16
21	0,20 998,00 0,21	1,50	0,20 996,50 0,21	1,46	0,20 995,04 0,21	1,43	0,20 993,61 0,21	1,40	0,21 992,21 0,21	1,36	0,21 990,85 0,22	1,33	0,21 989,52 0,22	1,30	0,22 988,22 0,23	1,27	0,22 986,95 0,24	1,25	0,23 985,70 0,24	1,23	0,24 984,47 0,24	1,19	0,24 983,28 0,26	1,18	
22	997,79 0,22	1,50	996,29 0,22	1,46	994,83 0,23	1,43	993,40 0,23	1,40	992,00 0,23	1,37	990,63 0,23	1,33	989,30 0,24	1,31	987,99 0,24	1,28	986,71 0,24	1,25	985,46 0,25	1,23	984,23 0,25	1,21	983,02 0,25	1,18	
23	997,57 0,24	1,50	996,07 0,23	1,47	994,60 0,23	1,43	993,17 0,23	1,40	991,77 0,24	1,37	990,40 0,24	1,34	989,06 0,24	1,31	987,75 0,25	1,28	986,47 0,26	1,26	985,21 0,26	1,24	983,97 0,27	1,20	982,77 0,29	1,20	
24	997,33 0,24	1,49	995,84 0,25	1,47	994,37 0,24	1,43	992,94 0,25	1,41	991,53 0,25	1,37	990,16 0,25	1,34	988,82 0,26	1,32	987,50 0,26	1,29	986,21 0,27	1,26	984,95 0,27	1,25	983,70 0,28	1,22	982,48 0,28	1,20	
25	997,09	1,50	995,59	1,46	994,13	1,44	992,69	1,40	991,29	1,38	989,91	1,35	988,56	1,32	987,24	1,29	985,95	1,27	984,68	1,26	983,42	1,22	982,20	1,21	
26	0,25 996,84 0,26	1,50	0,25 995,34 0,26	1,47	0,26 993,87 0,26	1,43	0,25 992,44 0,27	1,41	0,26 991,03 0,27	1,38	0,26 989,65 0,27	1,35	0,26 988,30 0,27	1,32	0,26 986,98 0,28	1,31	0,28 985,67 0,28	1,27	0,28 984,40 0,29	1,26	0,28 983,14 0,30	1,24	0,30 981,90 0,30	1,22	
27	996,58 0,27	1,50	995,08 0,27	1,47	993,61 0,27	1,44	992,17 0,27	1,41	990,76 0,28	1,38	989,38 0,28	1,35	988,03 0,29	1,33	986,70 0,29	1,31	985,39 0,29	1,28	984,11 0,30	1,27	982,84 0,31	1,24	981,60 0,32	1,23	
28	996,31 0,28	1,50	994,81 0,28	1,47	993,34 0,28	1,44	991,90 0,29	1,42	990,48 0,29	1,38	989,10 0,29	1,36	987,74 0,29	1,33	986,41 0,30	1,31	985,10 0,31	1,29	983,81 0,31	1,28	982,53 0,31	1,25	981,28 0,32	1,23	
29	996,03 0,28	1,50	994,53 0,29	1,47	993,06 0,29	1,45	991,61 0,29	1,41	990,20 0,30	1,39	988,81 0,30	1,36	987,45 0,31	1,34	986,11 0,31	1,32	984,79 0,31	1,29	983,50 0,32	1,28	982,22 0,32	1,26	980,96 0,33	1,24	
30	995,75	1,51	994,24	1,47	992,77	1,45	991,32	1,42	989,90	1,39	988,51	1,37	987,14	1,34	985,80	1,32	984,48	1,30	983,18	1,28	981,90	1,27	980,63	1,25	
31	0,30 995,45 0,31	1,51	0,30 993,94 0,31	1,47	0,30 992,47 0,31	1,45	0,30 991,02 0,32	1,43	0,31 989,59 0,31	1,39	0,31 988,20 0,32	1,37	0,31 986,83 0,32	1,34	0,31 985,49 0,33	1,33	0,32 984,16 0,33	1,31	0,33 982,85 0,33	1,29	0,34 981,56 0,34	1,27	0,34 980,29 0,36	1,26	
32	995,14 0,31	1,51	993,63 0,31	1,47	992,16 0,32	1,46	990,70 0,32	1,42	989,28 0,32	1,40	987,88 0,33	1,37	986,51 0,33	1,35	985,16 0,34	1,33	983,83 0,35	1,32	982,51 0,35	1,30	981,21 0,35	1,28	979,93 0,35	1,26	
33	994,83 0,32	1,51	993,32 0,33	1,48	991,84 0,33	1,46	990,38 0,33	1,42	988,96 0,35	1,41	987,55 0,34	1,37	986,18 0,36	1,36	984,82 0,										

GRADO ALCOHÓLICO INTERNACIONAL A 20 °C

Tabla de las masas volúmicas aparentes de las mezclas hidroalcohólicas – Picnómetro de pyrex – Masas volúmicas a t°, corregido el empuje del aire  
Grado alcohólico volumétrico en % vol

	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21															
Temperatura	0	986,93	1,00	985,93	0,95	984,98	0,92	984,06	0,88	983,18	0,84	982,34	0,80	981,54	0,78	980,76	0,75	980,01	0,73	979,28	0,72	978,56	0,70	977,86	0,70		
	1	+ 0,02 986,95 + 0,01	+ 0,01 985,94 0,00	0,01 984,97 0,01	0,01 984,02 0,03	0,01 983,11 0,04	0,03 982,30 0,07	0,04 981,54 0,08	0,07 980,76 0,10	0,08 979,91 0,12	0,10 979,02 0,14	0,12 978,26 0,16	0,14 977,51 0,18	0,17 976,76 0,21	0,19 976,01 0,24	0,21 975,26 0,27	0,23 974,51 0,30	0,25 973,76 0,33	0,27 973,01 0,35	0,29 972,26 0,37	0,31 971,51 0,39	0,33 970,76 0,41	0,35 970,01 0,43	0,37 969,26 0,45	0,39 968,51 0,47	0,41 967,76 0,49	
	2	986,96	1,02	985,94	0,98	984,96	0,94	984,02	0,91	983,11	0,88	982,23	0,84	981,39	0,81	980,58	0,79	979,79	0,77	979,02	0,76	978,26	0,75	977,51	0,74	976,76	
	3	986,95	1,03	985,92	1,00	984,92	0,95	983,97	0,92	983,05	0,89	982,16	0,86	981,30	0,83	980,47	0,81	979,66	0,79	978,87	0,78	978,09	0,77	977,32	0,77	976,55	
	4	986,92	1,04	985,88	1,00	984,88	0,97	983,91	0,93	982,98	0,91	982,07	0,87	981,20	0,85	980,35	0,83	979,52	0,81	978,71	0,80	977,91	0,79	977,12	0,79	976,33	
	5	986,88	1,05	985,83	1,01	984,82	0,98	983,84	0,95	982,89	0,92	981,97	0,89	981,08	0,87	980,21	0,84	979,37	0,83	978,54	0,82	977,72	0,82	976,90	0,80	976,08	
	6	0,05 986,83 0,08	0,06 985,77 0,09	0,08 984,74 0,09	0,09 983,75 0,10	0,10 982,79 0,12	0,12 981,85 0,13	0,13 980,95 0,15	0,14 980,07 0,16	0,16 979,20 0,18	0,17 978,33 0,19	0,19 977,46 0,21	0,20 976,60 0,22	0,22 975,73 0,24	0,23 974,87 0,25	0,25 974,00 0,27	0,26 973,14 0,28	0,28 972,27 0,30	0,29 971,41 0,31	0,31 970,54 0,33	0,32 969,68 0,34	0,34 968,81 0,36	0,35 967,95 0,37	0,37 967,08 0,39	0,38 966,22 0,40	0,40 965,35 0,42	0,41 964,49 0,43
	7	986,75	1,07	985,68	1,03	984,65	1,00	983,65	0,98	982,67	0,95	981,72	0,92	980,80	0,89	979,91	0,89	979,02	0,86	978,16	0,86	977,30	0,85	976,45	0,85	975,60	
	8	986,67	1,08	985,59	1,05	984,54	1,02	983,52	0,98	982,54	0,96	981,58	0,93	980,65	0,92	979,73	0,90	978,83	0,88	977,95	0,88	977,07	0,87	976,20	0,87	975,33	
	9	986,57	1,09	985,48	1,06	984,42	1,02	983,40	1,00	982,40	0,98	981,42	0,95	980,47	0,93	979,54	0,92	978,62	0,89	977,73	0,90	976,83	0,89	975,94	0,89	975,05	
	10	986,46	1,10	985,36	1,06	984,30	1,04	983,26	1,02	982,24	0,99	981,25	0,96	980,29	0,95	979,34	0,92	978,42	0,92	977,50	0,91	976,59	0,91	975,68	0,91	974,77	
	11	0,12 986,34 0,13	0,13 985,23 0,14	0,14 984,16 0,16	0,16 983,10 0,16	0,16 982,08 0,18	0,17 981,08 0,19	0,19 980,09 0,20	0,20 979,11 0,21	0,21 978,14 0,22	0,22 977,18 0,23	0,23 976,23 0,24	0,24 975,28 0,25	0,25 974,33 0,26	0,26 973,38 0,27	0,27 972,43 0,28	0,28 971,48 0,29	0,29 970,53 0,30	0,30 969,58 0,31	0,31 968,63 0,32	0,32 967,68 0,33	0,33 966,73 0,34	0,34 965,78 0,35	0,35 964,83 0,36	0,36 963,88 0,37	0,37 962,93 0,38	0,38 961,98 0,39
	12	986,21	1,12	985,09	1,09	984,00	1,06	982,94	1,04	981,90	1,01	980,89	1,00	979,89	0,97	978,92	0,97	977,95	0,95	977,00	0,95	976,05	0,94	975,11	0,95	974,17	
	13	986,06	1,13	984,93	1,09	983,84	1,08	982,76	1,05	981,71	1,02	980,69	1,01	979,68	0,99	978,69	0,98	977,71	0,97	976,74	0,97	975,77	0,96	974,81	0,96	973,85	
	14	985,90	1,13	984,77	1,11	983,66	1,08	982,58	1,07	981,51	1,04	980,47	1,02	979,45	1,00	978,45	1,00	977,45	0,98	976,47	0,98	975,49	0,98	974,51	0,98	973,53	
	15	985,73	1,14	984,59	1,12	983,47	1,09	982,38	1,08	981,30	1,05	980,25	1,04	979,21	1,01	978,20	1,01	977,19	1,00	976,19	1,00	975,19	1,00	974,19	1,00	973,19	
	16	0,18 985,55 0,19	0,19 984,40 0,20	0,20 983,27 0,21	0,22 982,16 0,22	0,22 981,08 0,23	0,24 980,01 0,24	0,24 978,97 0,26	0,24 977,93 0,27	0,26 976,88 0,28	0,26 975,83 0,29	0,27 974,78 0,30	0,28 973,73 0,31	0,29 972,68 0,32	0,30 971,63 0,33	0,31 970,58 0,34	0,32 969,53 0,35	0,33 968,48 0,36	0,34 967,43 0,37	0,35 966,38 0,38	0,36 965,33 0,39	0,37 964,28 0,40	0,38 963,23 0,41	0,39 962,18 0,42	0,40 961,13 0,43	0,41 960,08 0,44	0,42 959,03 0,45
	17	985,36	1,16	984,20	1,14	983,06	1,12	981,94	1,09	980,85	1,08	979,77	1,06	978,71	1,05	977,66	1,04	976,62	1,03	975,59	1,03	974,56	1,02	973,54	1,04	972,52	
	18	985,15	1,17	983,98	1,14	982,84	1,13	981,71	1,11	980,60	1,09	979,51	1,07	978,44	1,06	977,38	1,05	976,33	1,05	975,28	1,04	974,24	1,05	973,19	1,05	972,15	
	19	984,94	1,18	983,76	1,16	982,60	1,13	981,47	1,12	980,35	1,10	979,25	1,09	978,16	1,07	977,09	1,07	976,02	1,06	974,96	1,06	973,90	1,06	972,84	1,06	971,78	
	20	984,71	1,19	983,52	1,16	982,36	1,15	981,21	1,13	980,08	1,11	978,97	1,10	977,87	1,08	976,79	1,08	975,71	1,08	974,63	1,07	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	
Temperatura	20	984,71	1,19	983,52	1,16	982,36	1,15	981,21	1,13	980,08	1,11	978,97	1,10	977,87	1,08	976,79	1,08	975,71	1,08	974,63	1,07	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	
	21	0,24 984,47 0,24	0,24 983,28 0,26	0,26 982,10 0,26	0,26 980,95 0,28	0,27 979,81 0,29	0,28 978,69 0,30	0,29 977,58 0,31	0,31 976,48 0,33	0,31 975,38 0,33	0,33 974,28 0,35	0,33 973,18 0,35	0,35 972,08 0,37	0,35 970,98 0,37	0,37 969,88 0,39	0,37 968,78 0,39	0,39 967,68 0,41	0,39 966,58 0,41	0,41 965,48 0,43	0,41 964,38 0,43	0,43 963,28 0,45	0,43 962,18 0,45	0,45 961,08 0,47	0,45 959,98 0,47	0,47 958,88 0,49	0,47 957,78 0,49	
	22	984,23	1,21	983,02	1,18	981,84	1,17	980,67	1,15	979,52	1,13	978,39	1,12	977,27	1,12	976,15	1,10	975,05	1,11	973,94	1,10	972,84	1,10	971,74	1,12	970,64	
	23	983,97	1,20	982,77	1,20	981,57	1,18	980,39	1,16	979,23	1,15	978,08	1,13	976,95	1,13	975,82	1,12	974,70	1,11	973,59	1,12	972,47	1,12	971,35	1,13	970,23	
	24	983,70	1,22	982,48	1,20	981,28	1,18	980,10	1,17	978,93	1,16	977,77	1,15	976,62	1,13	975,49	1,14	974,35	1,13	973,22	1,13	972,09	1,14	970,95	1,14	969,80	
	25	983,42	1,22	982,20	1,21	980,99	1,20	979,79	1,18	978,61	1,17	977,44	1,15	976,29	1,15	975,14	1,15	973,99	1,14	972,85	1,15	971,70	1,15	970,55	1,16	969,40	
	26	0,28 983,14 0,30	0,30 981,90 0,30	0,31 980,68 0,31	0,31 979,48 0,32	0,32 978,29 0,33	0,33 977,11 0,34	0,34 975,94 0,35	0,35 974,78 0,36	0,36 973,63 0,38	0,36 972,48 0,38	0,38 971,33 0,38	0,38 970,18 0,38	0,39 969,03 0,40	0,40 967,88 0,40	0,41 966,73 0,41	0,41 965,58 0,41	0,42 964,43 0,42	0,42 963,28 0,42	0,43 962,13 0,43	0,43 960,98 0,43	0,44 959,83 0,44	0,44 958,68 0,44	0,45 957,53 0,45	0,45 956,38 0,45	0,46 955,23 0,46	0,46 954,08 0,46
	27	982,84	1,24	981,60	1,23	980,37	1,21	979,16	1,20	977,96	1,19	976,77	1,18	975,59	1,17	974,42	1,18	973,24	1,17	972,07	1,17	970,90	1,18	969,72	1,18	968,54	
	28	982,53	1,25	981,28	1,23	980,05	1,22	978,83	1,21	977,62	1,20	976,42	1,19	975,23	1,19	974,04	1,18	972,86	1,19	971,67	1,18	970,49	1,20	969,29	1,20	968,10	
	29	982,22	1,26	980,96	1,24	979,72	1,23	978,49	1,22	977,27	1,21	976,06	1,20	974,85	1,20	973,66	1,20	972,46	1,19	971,27	1,20	970,07	1,21	968,86	1,22	967,65	
	30	981,90	1,27	980,63	1,25	979,38	1,24	978,14	1,23	976,91	1,22	975,69	1,21	974,48	1,22	973,26	1,21	972,05	1,21	970,84	1,21	969,63	1,22	968,41	1,23	967,19	
	31	0,34 981,56 0,35	0,34 980,29 0,36	0,35 979,03 0,36	0,36 977,78 0,37	0,37 976,54 0,38	0,38 975,31 0,39	0,39 974,08 0,40	0,40 972,85 0,41	0,40 971,62 0,42	0,42 970,39 0,42	0,42 969,16 0,42	0,44 967,93 0,42	0,44 966,70 0,42	0,44 965,47 0,42	0,45 964,24 0,43	0,45 963,01 0,43	0,46 961,78 0,44	0,46 960,55 0,44	0,47 959,32 0,44	0,47 958,09 0,44	0,48 956,86 0,45	0,48 955,63 0,45	0,49 954,40 0,46	0,49 953,17 0,46	0,	

GRADO ALCOHÓLICO INTERNACIONAL A 20 °C

Tabla de las masas volúmicas aparentes de las mezclas hidroalcohólicas – Picnómetro de pyrex – Masas volúmicas a t°, corregido el empuje del aire  
Grado alcohólico volumétrico en % vol

Temperatura	20		21		22		23		24		25		26		27		28		29		30		31		
	0	0,70	0,70	0,70	0,69	0,71	0,71	0,71	0,72	0,73	0,73	0,72	0,75	0,75	0,77	0,80	0,80	0,80	0,83	0,83	0,87	0,87	0,90	0,90	
1	978,56	0,14	977,86	0,17	977,16	0,19	976,47	0,22	975,76	0,24	975,05	0,26	974,33	0,29	973,58	0,31	972,81	0,34	972,01	0,36	971,18	0,39	970,31	0,41	969,49
2	978,42	0,16	977,69	0,18	976,97	0,20	976,25	0,23	975,52	0,25	974,79	0,28	974,04	0,30	973,27	0,32	972,47	0,34	971,65	0,37	970,79	0,39	969,90	0,41	969,07
3	978,26	0,17	977,51	0,19	976,77	0,22	976,02	0,23	975,27	0,26	974,51	0,28	973,74	0,31	972,95	0,33	972,13	0,36	971,28	0,38	970,40	0,40	969,49	0,42	968,64
4	978,09	0,18	977,32	0,20	976,55	0,22	975,79	0,25	975,01	0,27	974,23	0,29	973,44	0,31	972,62	0,34	971,77	0,36	970,90	0,38	970,00	0,40	969,07	0,43	968,20
5	977,91	0,19	977,12	0,22	976,33	0,23	975,54	0,26	974,74	0,27	973,94	0,30	973,12	0,33	972,28	0,35	971,41	0,37	970,52	0,39	969,60	0,42	968,64	0,44	967,76
6	977,72	0,21	976,90	0,22	976,10	0,25	975,28	0,26	974,47	0,29	973,64	0,31	972,79	0,33	971,93	0,35	971,04	0,37	970,13	0,40	969,18	0,42	968,20	0,44	967,31
7	977,51	0,21	976,68	0,23	975,85	0,25	975,02	0,28	974,18	0,30	973,33	0,32	972,46	0,34	971,58	0,36	970,67	0,38	969,73	0,40	968,76	0,42	967,76	0,44	966,86
8	977,30	0,23	976,45	0,25	975,60	0,27	974,74	0,28	973,88	0,31	973,01	0,33	972,12	0,35	971,22	0,37	970,29	0,40	969,33	0,42	968,34	0,44	967,32	0,46	966,40
9	977,07	0,24	976,20	0,26	975,33	0,28	974,46	0,30	973,57	0,31	972,68	0,34	971,77	0,35	970,85	0,38	969,89	0,39	968,91	0,41	967,91	0,44	966,86	0,46	965,90
10	976,83	0,24	975,94	0,26	975,05	0,28	974,16	0,30	973,26	0,33	972,34	0,34	971,42	0,37	970,47	0,39	969,50	0,41	968,50	0,43	967,47	0,45	966,40	0,46	965,44
11	976,59	0,27	975,68	0,29	974,77	0,30	973,86	0,33	972,93	0,34	972,00	0,36	971,05	0,38	970,08	0,40	969,09	0,42	968,07	0,44	967,02	0,46	965,94	0,47	964,99
12	976,32	0,27	975,39	0,28	974,47	0,31	973,53	0,32	972,59	0,34	971,64	0,36	970,67	0,38	969,68	0,40	968,67	0,42	967,63	0,44	966,56	0,45	965,47	0,48	964,51
13	976,05	0,28	975,11	0,30	974,16	0,31	973,21	0,33	972,25	0,35	971,28	0,37	970,29	0,39	969,28	0,41	968,25	0,43	967,19	0,45	966,11	0,47	965,04	0,49	964,00
14	975,77	0,28	974,81	0,30	973,85	0,32	972,88	0,34	971,90	0,36	970,91	0,38	969,90	0,40	968,87	0,41	967,82	0,43	966,74	0,45	965,64	0,47	964,51	0,49	963,44
15	975,49	0,30	974,51	0,32	973,53	0,34	972,54	0,35	971,54	0,37	970,53	0,39	969,50	0,40	968,46	0,42	967,39	0,44	966,29	0,46	965,17	0,48	964,00	0,49	962,88
16	975,19	0,31	974,19	0,32	973,19	0,34	972,19	0,36	971,17	0,37	970,14	0,39	969,10	0,41	968,04	0,43	966,95	0,45	965,83	0,46	964,69	0,48	963,52	0,51	962,31
17	974,88	0,32	973,87	0,33	972,85	0,35	971,83	0,37	970,80	0,39	970,41	0,40	969,35	0,42	968,27	0,44	967,17	0,45	966,05	0,48	964,89	0,50	963,71	0,52	962,51
18	974,56	0,32	973,54	0,33	972,50	0,36	971,46	0,37	970,41	0,39	970,02	0,41	968,94	0,43	967,84	0,45	966,72	0,47	965,58	0,48	964,41	0,50	963,22	0,52	962,00
19	974,24	0,34	973,19	0,35	972,13	0,36	971,09	0,39	970,02	0,40	968,94	0,42	967,84	0,43	966,72	0,45	965,58	0,47	964,41	0,48	963,22	0,50	962,00	0,52	960,77
20	973,90	0,34	972,84	0,36	971,76	0,38	970,70	0,39	969,62	0,41	968,52	0,42	967,41	0,44	966,27	0,46	965,11	0,47	963,93	0,49	962,72	0,51	961,47	0,52	960,22

Temperatura	20		21		22		23		24		25		26		27		28		29		30		31		
	20	0,83	0,83	0,83	0,86	0,86	0,86	0,88	0,88	0,87	0,89	0,89	0,90	0,90	0,91	0,93	0,93	0,96	0,96	0,99	0,99	1,02	1,02	1,05	
21	973,56	0,36	972,48	0,37	971,40	0,38	970,31	0,40	969,21	0,42	968,10	0,44	966,96	0,45	965,81	0,46	964,64	0,49	963,44	0,50	962,21	0,52	960,95	0,53	959,78
22	973,20	0,36	972,11	0,37	971,02	0,40	969,91	0,41	968,79	0,42	967,66	0,44	966,51	0,45	965,35	0,48	964,15	0,49	962,94	0,51	961,69	0,52	960,42	0,54	960,00
23	972,84	0,37	971,74	0,39	970,62	0,40	969,50	0,42	968,37	0,43	967,25	0,45	966,06	0,47	964,87	0,48	963,66	0,49	962,43	0,51	961,17	0,53	959,88	0,55	958,55
24	972,47	0,38	971,35	0,40	970,22	0,41	969,08	0,42	967,94	0,44	966,77	0,45	965,59	0,47	964,39	0,48	963,17	0,51	961,92	0,52	960,64	0,54	959,33	0,55	958,00
25	972,09	0,39	970,95	0,40	969,81	0,42	968,66	0,43	967,50	0,45	966,32	0,47	965,12	0,48	963,90	0,49	962,66	0,51	961,40	0,53	960,10	0,54	958,78	0,55	957,44
26	971,70	0,40	970,55	0,41	969,39	0,42	968,23	0,44	967,05	0,46	965,85	0,47	964,64	0,49	963,41	0,50	962,15	0,51	960,87	0,53	959,56	0,54	958,23	0,57	956,89
27	971,30	0,40	970,14	0,42	968,97	0,43	967,79	0,45	966,59	0,46	965,38	0,48	964,15	0,49	962,91	0,51	961,61	0,53	960,34	0,54	959,00	0,56	957,66	0,58	956,31
28	970,90	0,41	969,72	0,43	968,54	0,45	967,34	0,46	966,13	0,47	964,90	0,48	963,66	0,50	962,40	0,52	961,11	0,54	959,80	0,56	958,46	0,57	957,10	0,59	955,75
29	970,49	0,42	969,29	0,44	968,09	0,45	966,88	0,47	965,66	0,49	964,42	0,50	963,16	0,52	961,88	0,53	960,57	0,55	959,24	0,56	957,89	0,58	956,51	0,61	955,13
30	970,07	0,44	968,86	0,45	967,64	0,46	966,41	0,47	965,17	0,49	963,92	0,50	962,64	0,51	961,35	0,53	960,04	0,55	958,69	0,56	957,33	0,58	955,93	0,61	954,55
31	969,63	0,44	968,41	0,45	967,18	0,46	965,94	0,48	964,68	0,49	963,42	0,51	962,13	0,52	960,82	0,53	959,49	0,55	958,14	0,57	956,75	0,58	955,35	0,60	953,96
32	969,19	0,44	967,96	0,46	966,72	0,47	965,46	0,48	964,19	0,50	962,91	0,51	961,61	0,53	960,29	0,54	958,94	0,55	957,57	0,57	956,17	0,58	954,77	0,61	953,37
33	968,75	0,45	967,50	0,46	966,25	0,48	964,98	0,49	963,69	0,50	962,40	0,52	961,08	0,53	959,75	0,55	958,39	0,57	957,00	0,59	955,59	0,61	954,19	0,63	952,78
34	968,30	0,46	967,04	0,47	965,77	0,49	964,49	0,50	963,19	0,51	961,88	0,53	960,55	0,54	959,20	0,56	957,82	0,58	956,43	0,59	955,00	0,61	953,59	0,63	952,18
35	967,84	0,46	966,57	0,48	965,28	0,49	963,99	0,51	962,68	0,52	961,35	0,53	960,01	0,55	958,64	0,56	957,26	0,58	955,84	0,59	954,41	0,60	952,99	0,63	951,57
36	967,38	0,47	966,09	0,48	964,79	0,50	963,48	0,51	962,16	0,53	960,82	0,54	959,46	0,55	958,08	0,57	956,58	0,58	955,26	0,60	953,81	0,61	952,33	0,63	950,90
37	966,91	0,48	965,61	0,49	964,29	0,50	962,97	0,52	961,63	0,53	960,28	0,55	958,91	0,56	957,51	0,57	956,10	0,59	954,66	0,60	953,20	0,61	951,71	0,63	950,22
38	966,43	0,49	965,12	0,50	963,79	0,51	962,45	0,52	961,10	0,54	959,73	0,55	958,35	0,57	956,94	0,58	955,51	0,59	954,06	0,60	952,59	0,61	951,09	0,63	949,60
39	965,94	0,49	964,62	0,50	963,28	0,52	961,93	0,53	960,56	0,54	959,18	0,56	957,78	0,57											

GRADO ALCOHÓLICO INTERNACIONAL A 20 °C

Tabla de las masas aparentes de las mezclas hidroalcohólicas – Aparatos de vidrio ordinario – Masas volúmicas a t°, corregido el empuje del aire  
Grado alcohólico volumétrico en % vol.

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11															
Temperatura	0	999,34	1,52	997,82	1,45	996,37	1,39	994,98	1,35	993,63	1,29	992,34	1,24	991,10	1,18	989,92	1,15	988,77	1,09	987,68	1,05	986,63	1,00	985,63	0,96		
	1	+ 0,09	+ 0,09	+ 0,09	+ 0,08	+ 0,08	+ 0,08	+ 0,08	+ 0,08	+ 0,07	+ 0,07	+ 0,07	+ 0,07	+ 0,07	+ 0,06	+ 0,06	+ 0,05	+ 0,05	+ 0,05	+ 0,04	+ 0,04	+ 0,03	+ 0,03	+ 0,02	+ 0,02	0,97	
	2	+ 0,06	+ 0,06	+ 0,06	+ 0,06	+ 0,06	+ 0,06	+ 0,06	+ 0,06	+ 0,05	+ 0,05	+ 0,05	+ 0,05	+ 0,05	+ 0,04	+ 0,04	+ 0,04	+ 0,04	+ 0,04	+ 0,03	+ 0,03	+ 0,03	+ 0,02	+ 0,02	+ 0,01	0,98	
	3	+ 0,05	+ 0,05	+ 0,05	+ 0,04	+ 0,04	+ 0,04	+ 0,04	+ 0,04	+ 0,04	+ 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	+ 0,01	+ 0,01	0,99	
	4	+ 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	+ 0,02	+ 0,02	+ 0,01	+ 0,01	+ 0,01	+ 0,01	+ 0,01	+ 0,01	+ 0,01	+ 0,01	+ 0,01	+ 0,01	1,00
	5	+ 0,02	+ 0,02	+ 0,02	+ 0,02	+ 0,02	+ 0,02	+ 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	+ 0,00	+ 0,00	+ 0,00	+ 0,00	+ 0,00	+ 0,00	1,02
	6	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02	0,02	0,03	0,03	0,03	0,04	0,04	0,04	0,06	1,02	
	7	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,03	0,03	0,04	0,04	0,05	0,05	0,06	1,04	
	8	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,05	0,05	0,05	0,06	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	1,05	
	9	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,05	0,05	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,08	0,08	0,08	1,06	
	10	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,09	0,09	0,10	0,10	0,11	1,07	
	11	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,09	0,09	0,09	0,10	0,10	0,10	0,11	0,11	1,08	
	12	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,10	0,10	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,12	0,12	0,12	0,13	1,09	
	13	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,11	0,11	0,11	0,12	0,12	0,13	0,13	0,14	1,10	
	14	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,16	1,11	
	15	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,16	1,12	
	16	0,13	0,13	0,13	0,13	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,17	0,17	0,18	1,13	
	17	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,17	0,17	0,18	0,18	0,19	1,14	
	18	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,17	0,17	0,17	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,19	0,19	0,20	0,21	1,15	
	19	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,17	0,17	0,17	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,19	0,19	0,20	0,21	0,22	1,16	
20	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,20	0,20	0,20	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	1,17		
Temperatura	20	998,20	1,50	996,70	1,47	995,23	1,42	993,81	1,40	992,41	1,35	991,06	1,33	989,73	1,30	988,43	1,27	987,16	1,24	985,92	1,21	984,71	1,19	983,52	1,17		
	21	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,24	1,17	
	22	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,21	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,24	0,25	1,18	
	23	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,25	0,25	0,26	1,19	
	24	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24	0,25	0,25	0,26	0,26	0,27	1,20	
	25	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,25	0,25	0,25	0,26	0,26	0,26	0,27	0,27	0,27	0,28	0,28	1,21	
	26	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	0,27	0,27	0,27	0,28	0,28	0,29	0,29	0,30	1,22	
	27	0,25	0,25	0,25	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	0,27	0,27	0,27	0,27	0,28	0,28	0,28	0,28	0,29	0,29	0,29	0,30	0,30	1,23	
	28	0,26	0,26	0,26	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,29	0,29	0,29	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	1,23	
	29	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,32	1,24	
	30	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,33	0,33	1,25	
	31	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,33	0,33	0,34	1,26	
	32	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,33	0,33	0,34	0,34	0,35	1,26	
	33	0,30	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,32	0,33	0,33	0,33	0,34	0,34	0,34	0,35	0,35	1,27	
	34	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,34	0,34	0,34	0,34	0,35	0,35	0,35	0,36	1,28	
	35	0,32	0,32	0,32	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,34	0,34	0,34	0,34	0,34	0,35	0,35	0,35	0,35	0,36	0,36	0,37	0,37	1,29	
	36	0,33	0,33	0,33	0,34	0,34	0,34	0,34	0,34	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,36	0,36	0,36	0,36	0,37	0,37	0,38	0,38	0,39	1,30	
	37	0,34	0,34	0,34	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,37	0,37	0,37	0,37	0,38	0,38	0,39	0,39	0,40	1,31	
	38	0,35	0,35	0,35	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,38	0,38	0,38	0,38	0,39	0,39	0,40	0,40	0,41	1,31	
	39	0,35	0,35	0,35	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,37	0,37	0,37	0,37	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38	0,39	0,39	0,40	0,40	0,41	1,31	
40	0,35	0,35	0,35	0,36	0,36	0,36	0,37	0,37	0,37	0,37	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38	0,39	0,39	0,39	0,39	0,40	0,40	0,41	0,41	0,42	1,32		

GRADO ALCOHÓLICO INTERNACIONAL A 20 °C

Tabla de las masas volúmicas aparentes de las mezclas hidroalcohólicas – Aparatos de vidrio ordinario – Masas volúmicas a t°, corregido el empuje del aire

Grado alcohólico volumétrico en % vol.

Temperatura	10		11		12		13		14		15		16		17		18		19		20		21	
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23
0	986,63	1,00	985,63	0,96	984,67	0,92	983,75	0,87	982,88	0,84	982,04	0,81	981,23	0,77	980,46	0,75	979,71	0,73	978,98	0,72	978,26	0,70	977,56	0,70
1	+ 0,03 986,66	+ 0,02 1,01	+ 0,01 985,65	0,00 0,97	+ 0,01 984,68	0,00 0,93	0,00 983,75	0,02 0,89	0,02 982,86	0,04 0,86	0,04 982,00	0,05 0,82	0,05 981,18	0,07 0,79	0,07 980,39	0,09 0,77	0,09 979,62	0,11 0,75	0,11 978,87	0,12 0,74	0,13 978,13	0,15 0,72	0,15 977,41	0,15 0,72
2	+ 0,02 986,68	+ 0,01 1,02	+ 0,01 985,66	0,00 0,98	+ 0,01 984,68	0,02 0,94	0,02 983,74	0,04 0,91	0,04 982,83	0,06 0,87	0,06 981,96	0,08 0,84	0,08 981,12	0,10 0,81	0,10 980,31	0,12 0,79	0,12 979,52	0,14 0,77	0,14 978,75	0,16 0,76	0,16 977,99	0,18 0,75	0,18 977,24	0,18 0,74
3	0,00 986,68	0,01 1,03	0,01 985,65	0,02 0,99	0,02 984,66	0,04 0,96	0,04 983,70	0,06 0,92	0,06 982,78	0,08 0,88	0,08 981,90	0,10 0,86	0,10 981,04	0,12 0,83	0,12 980,21	0,14 0,81	0,14 979,40	0,16 0,79	0,16 978,61	0,18 0,78	0,18 977,83	0,20 0,77	0,20 977,06	0,20 0,76
4	0,01 986,67	0,02 1,04	0,02 985,63	0,03 1,00	0,03 984,63	0,05 0,97	0,05 983,66	0,07 0,93	0,07 982,73	0,09 0,90	0,09 981,87	0,11 0,87	0,11 981,00	0,13 0,85	0,13 980,11	0,15 0,83	0,15 979,28	0,17 0,81	0,17 978,47	0,19 0,80	0,19 977,67	0,21 0,79	0,21 976,88	0,21 0,79
5	0,02 986,65	0,03 1,05	0,03 985,60	0,04 1,02	0,04 984,58	0,06 0,98	0,06 983,60	0,08 0,94	0,08 982,65	0,10 0,91	0,10 981,74	0,12 0,89	0,12 980,85	0,14 0,87	0,14 979,98	0,16 0,84	0,16 979,14	0,18 0,83	0,18 978,31	0,20 0,82	0,20 977,49	0,22 0,81	0,22 976,68	0,22 0,81
6	0,04 986,61	0,05 1,07	0,04 985,54	0,06 1,02	0,06 984,52	0,08 0,99	0,08 983,53	0,10 0,96	0,10 982,57	0,12 0,93	0,12 981,64	0,14 0,90	0,14 980,74	0,16 0,89	0,16 979,85	0,18 0,86	0,18 978,99	0,20 0,85	0,20 978,14	0,22 0,84	0,22 977,30	0,24 0,83	0,24 976,47	0,24 0,83
7	0,05 986,56	0,06 1,08	0,06 985,48	0,08 1,04	0,08 984,44	0,10 1,00	0,10 983,44	0,12 0,97	0,12 982,47	0,14 0,95	0,14 981,52	0,16 0,92	0,16 980,60	0,18 0,90	0,18 979,70	0,20 0,88	0,20 978,82	0,22 0,87	0,22 977,95	0,24 0,85	0,24 977,10	0,26 0,85	0,26 976,25	0,26 0,85
8	0,07 986,49	0,08 1,09	0,08 985,40	0,10 1,05	0,10 984,35	0,12 1,01	0,12 983,34	0,14 0,98	0,14 982,36	0,16 0,96	0,16 981,40	0,18 0,94	0,18 980,46	0,20 0,92	0,20 979,54	0,22 0,90	0,22 978,64	0,24 0,88	0,24 977,76	0,26 0,87	0,26 976,89	0,28 0,87	0,28 976,02	0,28 0,87
9	0,08 986,41	0,10 1,09	0,08 985,32	0,10 1,06	0,10 984,26	0,12 1,03	0,12 983,23	0,14 1,00	0,14 982,23	0,16 0,97	0,16 981,26	0,18 0,95	0,18 980,31	0,20 0,93	0,20 979,38	0,22 0,92	0,22 978,48	0,24 0,90	0,24 977,56	0,26 0,89	0,26 976,67	0,28 0,89	0,28 975,78	0,28 0,89
10	0,10 986,31	0,11 1,10	0,11 985,21	0,12 1,07	0,12 984,14	0,14 1,04	0,14 983,10	0,16 1,01	0,16 982,09	0,18 0,99	0,18 981,10	0,20 0,96	0,20 980,14	0,22 0,94	0,22 979,20	0,24 0,93	0,24 978,27	0,26 0,92	0,26 977,35	0,28 0,91	0,28 976,44	0,30 0,91	0,30 975,53	0,30 0,91
11	0,10 986,21	0,11 1,11	0,11 985,10	0,12 1,08	0,12 984,02	0,14 1,05	0,14 982,97	0,16 1,03	0,16 981,94	0,18 1,00	0,18 980,94	0,20 0,97	0,20 979,97	0,22 0,96	0,22 979,01	0,24 0,95	0,24 978,06	0,26 0,94	0,26 977,12	0,28 0,93	0,28 976,19	0,30 0,93	0,30 975,26	0,30 0,92
12	0,12 986,09	0,13 1,12	0,13 984,97	0,14 1,09	0,14 983,88	0,16 1,06	0,16 982,82	0,18 1,04	0,18 981,78	0,20 1,01	0,20 980,77	0,22 0,99	0,22 979,78	0,24 0,98	0,24 978,80	0,26 0,96	0,26 977,84	0,28 0,96	0,28 976,88	0,30 0,95	0,30 975,93	0,32 0,94	0,32 975,00	0,32 0,94
13	0,13 985,96	0,14 1,13	0,14 984,83	0,15 1,10	0,15 983,73	0,16 1,07	0,16 982,66	0,18 1,05	0,18 981,61	0,20 1,03	0,20 980,58	0,22 1,00	0,22 979,58	0,24 0,99	0,24 978,59	0,26 0,98	0,26 977,61	0,28 0,97	0,28 976,64	0,30 0,97	0,30 975,67	0,32 0,96	0,32 974,71	0,32 0,96
14	0,15 985,81	0,16 1,14	0,16 984,67	0,17 1,11	0,17 983,56	0,18 1,08	0,18 982,48	0,20 1,06	0,20 981,42	0,22 1,04	0,22 980,38	0,24 1,02	0,24 979,36	0,26 1,00	0,26 978,36	0,28 0,99	0,28 977,37	0,30 0,99	0,30 976,38	0,32 0,98	0,32 975,40	0,34 0,98	0,34 974,42	0,34 0,98
15	0,15 985,66	0,16 1,15	0,16 984,51	0,17 1,12	0,17 983,39	0,18 1,09	0,18 982,30	0,20 1,07	0,20 981,23	0,22 1,05	0,22 980,18	0,24 1,04	0,24 979,14	0,26 1,02	0,26 978,12	0,28 1,01	0,28 977,11	0,30 1,00	0,30 976,11	0,32 0,99	0,32 975,12	0,34 1,00	0,34 974,12	0,34 1,00
16	0,17 985,49	0,18 1,16	0,18 984,33	0,19 1,13	0,19 983,20	0,20 1,10	0,20 982,10	0,22 1,08	0,22 981,02	0,24 1,06	0,24 979,96	0,26 1,05	0,26 978,91	0,28 1,04	0,28 977,87	0,30 1,02	0,30 976,85	0,32 1,02	0,32 975,83	0,34 1,01	0,34 974,82	0,36 1,01	0,36 973,81	0,36 1,01
17	0,17 985,32	0,18 1,17	0,18 984,15	0,19 1,14	0,19 983,01	0,20 1,11	0,20 981,90	0,22 1,09	0,22 980,81	0,24 1,08	0,24 979,73	0,26 1,06	0,26 978,67	0,28 1,05	0,28 977,62	0,30 1,04	0,30 976,58	0,32 1,04	0,32 975,54	0,34 1,02	0,34 974,52	0,36 1,02	0,36 973,50	0,36 1,04
18	0,19 985,13	0,19 1,17	0,19 983,96	0,20 1,15	0,20 982,81	0,22 1,13	0,22 981,68	0,24 1,11	0,24 980,57	0,26 1,09	0,26 979,48	0,28 1,07	0,28 978,41	0,30 1,06	0,30 977,35	0,32 1,05	0,32 976,30	0,34 1,05	0,34 975,25	0,36 1,04	0,36 974,21	0,38 1,04	0,38 973,17	0,38 1,05
19	0,20 984,93	0,21 1,18	0,21 983,75	0,22 1,16	0,22 982,59	0,23 1,14	0,23 981,45	0,24 1,12	0,24 980,33	0,26 1,10	0,26 979,23	0,28 1,08	0,28 978,15	0,30 1,07	0,30 977,08	0,32 1,07	0,32 976,01	0,34 1,06	0,34 974,94	0,36 1,05	0,36 973,89	0,38 1,06	0,38 972,83	0,38 1,06
20	0,22 984,71	0,23 1,19	0,23 983,52	0,24 1,17	0,24 982,35	0,25 1,14	0,25 981,21	0,26 1,13	0,26 980,08	0,28 1,11	0,28 978,97	0,30 1,10	0,30 977,87	0,32 1,08	0,32 976,79	0,34 1,08	0,34 975,71	0,36 1,08	0,36 974,63	0,38 1,07	0,38 973,56	0,40 1,08	0,40 972,48	0,40 1,08
21	0,23 984,48	0,23 1,19	0,23 983,29	0,24 1,17	0,24 982,12	0,25 1,16	0,25 980,96	0,26 1,14	0,26 979,82	0,28 1,13	0,28 978,69	0,30 1,11	0,30 977,58	0,32 1,10	0,32 976,48	0,34 1,09	0,34 975,39	0,36 1,09	0,36 974,30	0,38 1,09	0,38 973,21	0,40 1,09	0,40 972,12	0,40 1,09
22	0,23 984,25	0,24 1,20	0,24 983,05	0,25 1,18	0,25 981,97	0,26 1,17	0,26 980,70	0,27 1,15	0,27 979,55	0,28 1,14	0,28 978,41	0,30 1,12	0,30 977,29	0,32 1,12	0,32 976,17	0,34 1,10	0,34 975,07	0,36 1,10	0,36 973,97	0,38 1,10	0,38 972,86	0,40 1,10	0,40 971,76	0,40 1,11
23	0,24 984,01	0,25 1,21	0,25 982,80	0,26 1,19	0,26 981,61	0,27 1,18	0,27 980,43	0,28 1,16	0,28 979,27	0,29 1,15	0,29 978,12	0,30 1,13	0,30 976,99	0,32 1,13	0,32 975,86	0,34 1,12	0,34 974,74	0,36 1,11	0,36 973,63	0,38 1,12	0,38 972,51	0,40 1,12	0,40 971,39	0,40 1,13
24	0,25 983,76	0,26 1,22	0,26 982,54	0,27 1,20	0,27 981,34	0,28 1,19	0,28 980,15	0,29 1,17	0,29 978,98	0,30 1,16	0,30 977,82	0,32 1,14	0,32 976,68	0,34 1,14	0,34 975,54	0,36 1,13	0,36 974,41	0,38 1,13	0,38 973,28	0,40 1,13	0,40 972,15	0,42 1,14	0,42 971,01	0,42 1,14
25	0,26 983,50	0,27 1,23	0,27 982,27	0,28 1,21	0,28 981,06	0,29 1,20	0,29 979,86	0,30 1,18	0,30 978,68	0,31 1,17	0,31 977,51	0,33 1,16	0,33 976,36	0,34 1,15	0,34 975,21	0,36 1,15	0,36 974,06	0,38 1,14	0,38 972,92	0,40 1,15	0,40 971,77	0,42 1,15	0,42 970,62	0,42 1,15
26	0,27 983,23	0,28 1,24	0,28 981,99	0,29 1,22	0,29 980,79	0,30 1,20	0,30 979,57	0,31 1,19	0,31 978,38	0,32 1,18	0,32 977,20	0,33 1,17	0,33 976,03	0,34 1,16	0,34 974,87	0,36 1,16	0,36 973,71	0,38 1,16	0,38 972,55	0,40 1,16	0,40 971,39	0,42 1,16	0,42 970,29	0,42 1,17
27	0,29 982,94	0,29 1,24	0,29 981,70	0,30 1,23	0,30 980,47	0,31 1,21	0,31 979,26	0,32 1,20	0,32 978,06	0,33 1,19	0,33 976,87	0,34 1,18	0,34 975,69	0,36 1,18	0,36 974,51	0,38 1,17	0,38 973,34	0,40 1,17	0,40 972,17	0,42 1,17	0,42 971,00	0,44 1,18	0,44 969,82	0,44

GRADO ALCOHÓLICO INTERNACIONAL A 20 °C

Tabla de las masas volúmicas aparentes de las mezclas hidroalcohólicas – Aparatos de vidrio ordinario – Masas volúmicas a t°, corregido el empuje del aire  
Grado alcohólico volumétrico en % vol.

		20		21		22		23		24		25		26		27		28		29		30		31	
Temperatura	0	978,26	0,70	977,86	0,70	976,86	0,69	976,17	0,70	975,47	0,72	974,75	0,72	974,03	0,74	973,29	0,77	972,52	0,80	971,72	0,83	970,89	0,87	970,02	0,90
	1	0,13 978,13 0,14	0,72	0,15 977,41 0,17	0,72	0,17 976,69 0,19	0,72	0,20 975,97 0,21	0,72	0,22 975,25 0,24	0,74	0,24 974,51 0,26	0,75	0,27 973,76 0,29	0,77	0,30 972,99 0,31	0,79	0,32 972,20 0,34	0,83	0,35 971,37 0,36	0,85	0,37 970,52 0,38	0,89	0,39 969,63 0,41	0,93
	2	0,16 977,99 0,18	0,75	0,18 977,24 0,20	0,74	0,20 976,50 0,22	0,74	0,23 975,76 0,25	0,75	0,25 975,01 0,27	0,76	0,27 974,25 0,29	0,78	0,29 973,47 0,31	0,80	0,32 972,68 0,34	0,82	0,34 971,86 0,36	0,85	0,36 971,01 0,38	0,87	0,38 970,14 0,40	0,92	0,41 969,22 0,43	0,96
	5	0,16 977,83 0,18	0,77	0,18 977,06 0,20	0,76	0,21 976,30 0,22	0,77	0,23 975,53 0,25	0,77	0,25 974,76 0,27	0,78	0,27 973,98 0,29	0,80	0,30 973,18 0,32	0,82	0,32 972,36 0,34	0,84	0,34 971,52 0,36	0,87	0,36 970,65 0,38	0,89	0,38 969,76 0,40	0,94	0,41 968,82 0,43	0,98
	4	0,18 977,67 0,20	0,79	0,20 976,88 0,22	0,79	0,22 976,09 0,24	0,79	0,24 975,30 0,26	0,79	0,26 974,51 0,28	0,81	0,28 973,70 0,30	0,82	0,30 972,88 0,32	0,84	0,32 972,04 0,34	0,86	0,34 971,18 0,36	0,89	0,36 970,29 0,38	0,92	0,38 969,37 0,40	0,96	0,41 968,40 0,43	1,00
	5	0,19 977,49 0,21	0,81	0,21 976,68 0,23	0,81	0,23 975,87 0,25	0,81	0,25 975,06 0,27	0,81	0,27 974,25 0,29	0,83	0,29 973,42 0,31	0,84	0,31 972,58 0,33	0,86	0,33 971,71 0,35	0,88	0,35 970,83 0,37	0,92	0,39 969,91 0,41	0,94	0,41 968,97 0,43	0,98	0,43 967,99 0,45	1,02
	6	0,20 977,30 0,22	0,83	0,22 976,47 0,24	0,83	0,24 975,64 0,26	0,83	0,26 974,81 0,28	0,84	0,28 973,97 0,30	0,85	0,30 973,12 0,32	0,87	0,32 972,25 0,34	0,88	0,34 971,37 0,36	0,91	0,36 970,46 0,38	0,94	0,39 969,52 0,41	0,96	0,41 968,56 0,43	1,00	0,43 967,56 0,45	1,04
	7	0,21 977,10 0,23	0,85	0,23 976,25 0,25	0,85	0,25 975,40 0,27	0,85	0,27 974,55 0,29	0,86	0,29 973,69 0,31	0,87	0,31 972,82 0,33	0,89	0,33 971,93 0,35	0,91	0,35 971,02 0,37	0,93	0,37 970,09 0,39	0,96	0,39 969,13 0,41	0,98	0,41 968,15 0,43	1,02	0,43 967,13 0,45	1,06
	8	0,22 976,89 0,24	0,87	0,24 976,02 0,26	0,87	0,26 975,15 0,28	0,87	0,28 974,28 0,30	0,88	0,30 973,40 0,32	0,89	0,32 972,51 0,34	0,91	0,34 971,60 0,36	0,93	0,36 970,67 0,38	0,95	0,38 969,72 0,40	0,98	0,40 968,74 0,42	1,01	0,42 967,73 0,44	1,04	0,44 966,69 0,46	1,08
	9	0,22 976,67 0,24	0,89	0,24 975,78 0,26	0,89	0,26 974,89 0,28	0,89	0,28 974,00 0,30	0,90	0,30 973,10 0,32	0,91	0,32 972,19 0,34	0,93	0,34 971,26 0,36	0,95	0,36 970,31 0,38	0,98	0,38 969,33 0,40	1,00	0,40 968,33 0,42	1,03	0,42 967,30 0,44	1,06	0,44 966,24 0,46	1,09
	10	0,25 976,44 0,27	0,91	0,27 975,53 0,29	0,91	0,29 974,62 0,31	0,91	0,31 973,71 0,33	0,92	0,33 972,79 0,35	0,93	0,35 971,86 0,37	0,95	0,37 970,91 0,39	0,97	0,39 969,94 0,41	1,00	0,41 968,94 0,43	1,02	0,43 967,92 0,45	1,05	0,45 966,87 0,47	1,08	0,47 965,79 0,51	1,11
	11	0,26 976,21 0,28	0,93	0,28 975,26 0,30	0,92	0,30 974,34 0,32	0,93	0,32 973,41 0,34	0,94	0,34 972,47 0,36	0,95	0,36 971,52 0,38	0,97	0,38 970,55 0,40	0,99	0,40 969,56 0,42	1,02	0,42 968,54 0,44	1,04	0,44 967,50 0,46	1,07	0,46 966,43 0,48	1,09	0,48 965,34 0,50	1,13
	12	0,26 975,93 0,28	0,94	0,28 974,99 0,30	0,94	0,30 974,05 0,32	0,95	0,32 973,10 0,34	0,96	0,34 972,14 0,36	0,97	0,36 971,17 0,38	0,99	0,38 970,18 0,40	1,01	0,40 969,17 0,42	1,03	0,42 968,14 0,44	1,06	0,44 967,08 0,46	1,09	0,46 966,03 0,48	1,11	0,48 964,88 0,50	1,15
	13	0,27 975,67 0,29	0,96	0,29 974,71 0,31	0,96	0,31 973,75 0,33	0,97	0,33 972,78 0,35	0,98	0,35 971,80 0,37	0,99	0,37 970,81 0,39	1,01	0,39 969,80 0,41	1,02	0,41 968,78 0,43	1,05	0,43 967,73 0,45	1,08	0,45 966,65 0,47	1,11	0,47 965,54 0,49	1,13	0,49 964,41 0,51	1,17
	14	0,28 975,40 0,30	0,98	0,30 974,42 0,32	0,98	0,32 973,44 0,34	0,99	0,34 972,45 0,36	1,00	0,36 971,45 0,38	1,01	0,38 970,44 0,40	1,02	0,40 969,42 0,42	1,04	0,42 968,38 0,44	1,07	0,44 967,31 0,46	1,10	0,46 966,21 0,48	1,12	0,48 965,09 0,50	1,15	0,50 963,94 0,52	1,19
	15	0,30 975,12 0,32	1,00	0,32 974,12 0,34	1,00	0,34 973,12 0,36	1,00	0,36 972,12 0,38	1,02	0,38 971,10 0,40	1,03	0,40 970,07 0,42	1,04	0,42 969,03 0,44	1,06	0,44 967,97 0,46	1,09	0,46 966,88 0,48	1,12	0,48 965,76 0,50	1,14	0,50 964,62 0,52	1,17	0,52 963,45 0,54	1,20
	16	0,30 974,82 0,32	1,01	0,31 973,81 0,33	1,02	0,33 972,79 0,35	1,02	0,35 971,77 0,37	1,03	0,37 970,74 0,39	1,05	0,39 969,69 0,41	1,06	0,41 968,63 0,43	1,08	0,43 967,55 0,45	1,11	0,45 966,44 0,47	1,13	0,47 965,31 0,49	1,16	0,49 964,15 0,51	1,19	0,51 962,96 0,53	1,22
	17	0,31 974,52 0,33	1,02	0,31 973,50 0,33	1,04	0,33 972,46 0,35	1,04	0,35 971,42 0,37	1,05	0,37 970,37 0,39	1,06	0,39 969,31 0,41	1,08	0,41 968,23 0,43	1,10	0,43 967,13 0,45	1,12	0,45 966,01 0,47	1,15	0,47 964,86 0,49	1,18	0,49 963,68 0,51	1,21	0,51 962,47 0,53	1,24
	18	0,32 974,21 0,34	1,04	0,32 973,17 0,34	1,05	0,34 972,12 0,36	1,06	0,36 971,06 0,38	1,07	0,38 969,99 0,40	1,08	0,40 968,91 0,42	1,10	0,42 967,81 0,44	1,11	0,44 966,70 0,46	1,14	0,46 965,56 0,48	1,17	0,48 964,39 0,50	1,19	0,50 963,20 0,52	1,23	0,52 961,97 0,54	1,26
	19	0,33 973,89 0,35	1,06	0,33 972,83 0,35	1,06	0,35 971,77 0,37	1,07	0,37 970,70 0,39	1,09	0,39 969,61 0,41	1,10	0,41 968,51 0,43	1,11	0,43 967,39 0,45	1,13	0,45 966,26 0,47	1,16	0,47 965,10 0,49	1,18	0,49 963,92 0,51	1,21	0,51 962,71 0,53	1,24	0,53 961,47 0,55	1,28
	20	0,35 973,56 0,37	1,08	0,35 972,48 0,37	1,08	0,37 971,40 0,39	1,09	0,39 970,31 0,41	1,10	0,41 969,21 0,43	1,11	0,43 968,10 0,45	1,13	0,45 966,97 0,47	1,16	0,47 965,81 0,49	1,17	0,49 964,64 0,51	1,20	0,51 963,44 0,53	1,23	0,53 962,21 0,55	1,26	0,55 960,95 0,57	1,29
Temperatura	20	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,13	966,97	1,16	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	962,21	1,26	960,95	1,29
	21	0,35 973,21 0,37	1,09	0,36 972,12 0,38	1,09	0,37 971,03 0,39	1,11	0,39 969,92 0,41	1,11	0,40 968,81 0,43	1,13	0,42 967,68 0,44	1,15	0,44 966,53 0,46	1,17	0,45 965,36 0,48	1,19	0,47 964,17 0,49	1,22	0,49 962,99 0,51	1,24	0,50 961,71 0,53	1,28	0,52 960,43 0,55	1,31
	22	0,35 972,86 0,37	1,10	0,37 971,76 0,39	1,11	0,39 970,65 0,41	1,12	0,41 969,53 0,43	1,13	0,42 968,40 0,44	1,15	0,44 967,25 0,46	1,16	0,45 966,09 0,48	1,19	0,46 964,90 0,50	1,21	0,48 963,69 0,52	1,23	0,50 962,46 0,54	1,26	0,52 961,20 0,56	1,29	0,54 959,91 0,58	1,32
	23	0,36 972,51 0,38	1,12	0,38 971,39 0,40	1,13	0,39 970,26 0,41	1,13	0,41 969,13 0,43	1,15	0,42 967,98 0,44	1,16	0,44 966,82 0,46	1,18	0,46 965,64 0,48	1,20	0,48 964,44 0,50	1,22	0,49 963,27 0,52	1,25	0,51 962,06 0,54	1,28	0,52 960,81 0,56	1,30	0,54 959,58 0,58	1,33
	24	0,38 972,15 0,40	1,14	0,39 971,01 0,41	1,14	0,40 969,87 0,42	1,15	0,42 968,72 0,44	1,16	0,44 967,56 0,46	1,18	0,46 966,38 0,48	1,20	0,48 965,18 0,50	1,22	0,49 964,00 0,52	1,24	0,51 962,79 0,54	1,27	0,53 961,55 0,56	1,29	0,54 960,33 0,58	1,32	0,56 958,84 0,60	1,34
	25	0,38 971,77 0,40	1,15	0,39 970,62 0,41	1,15	0,41 969,47 0,43	1,17	0,42 968,30 0,44	1,18	0,44 967,12 0,46	1,19	0,46 965,93 0,48	1,21	0,48 964,72 0,50	1,24	0,49 963,48 0,52	1,26	0,50 962,22 0,54	1,28	0,52 960,94 0,56	1,31	0,53 959,63 0,58	1,33	0,55 958,30 0,60	1,36
	26	0,39 971,39 0,41	1,16	0,40 970,23 0,42	1,17	0,42 969,06 0,44	1,18	0,44 967,88 0,46	1,20	0,46 966,68 0,48	1,21	0,48 965,47 0,50	1,23	0,50 964,24 0,52	1,25	0,51 963,00 0,54	1,27	0,52 961,72 0,56	1,29	0,54 960,42 0,58	1,32	0,55 959,10 0,60	1,35	0,57 957,75 0,62	1,38
	27	0,40 971,00 0,42	1,18	0,41 969,82 0,43	1,18	0,43 968,64 0,45	1,20	0,44 967,44 0,46	1,21	0,46 966,23 0,48	1,22	0,48 965,01 0,50	1,25	0,50 963,76 0,52	1,27	0,51 962,49 0,54	1,28	0,52 961,21 0,5							

**PARA LOS MOSTOS Y MOSTOS PARCIALMENTE FERMENTADOS  
MÉTODO DE DETERMINACIÓN QUÍMICA DEL ALCOHOL**

Se reserva este método a las bebidas poco alcohólicas (menos del 6 % vol) así como a los casos en que sólo se dispone de una muestra de escaso volumen.

**Soluciones**

a) Solución de dicromato potásico: Disolver 33,600 g de dicromato potásico rigurosamente puro en una cantidad suficiente de agua destilada para obtener 1 l a 20 °C.  
Dicha solución corresponde al grado alcohólico internacional (\*).  
Un mililitro de dicha solución oxida 7,8924 mg de alcohol.

b) Solución de sulfato ferroso amónico: Disolver 135 g de sulfato ferroso amoniacal y 20 ml de ácido sulfúrico puro en una cantidad de agua suficiente para obtener 1 l. Dicha solución corresponde a la mitad de su volumen de la de dicromato cuando está recién preparada; después se oxida lentamente.

Esta solución debe valorarse frecuentemente con la solución de dicromato cuya conservación en un frasco con tapón esmerilado es excelente. Esta valoración debe llevarse a cabo utilizando *exactamente* la misma forma de operar que para la determinación del alcohol, la única variación es que los 10 ml de dilución alcohólica son sustituidos por un volumen igual de agua pura. De este forma, se corrige el efecto de las pequeñas cantidades de materias orgánicas que contiene, a veces, el ácido sulfúrico;

c) Solución de permanganato potásico: Disolver 1,083 g de permanganato potásico en una cantidad de agua suficiente para obtener 1 l;

d) Acido sulfúrico diluido: a 500 ml de agua destilada, añadir poco a poco y agitando 500 ml de ácido sulfúrico puro. Después de que se enfríe, añadir los mililitros de agua necesarios para obtener 1 l de solución;

e) Reactivo de ortofenantrolina ferrosa: Disolver 0,695 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  en 100 ml de agua, añadir 1,485 g de monohidrato de ortofenantrolina. Calentar para favorecer la disolución. Esta solución, de color rojo vivo, se conserva muy bien.

**Forma de operar**

1. *Destilación*: Separar el alcohol por destilación utilizando el aparato descrito en la página 16. Calcular los volúmenes de la muestra y del destilado de forma que el grado alcohólico de este último sea del orden de 1 % vol y, en cualquier caso, inferior a 1,8 % vol.

Grado alcohólico esperado	Volumen de líquido (*) que debe utilizarse V (ml)	Volumen de agua por añadir antes de destilar (ml)	Volumen al que debe llevarse el destilado (ml)
Inferior al 0,8 % vol	200	0	100
Entre 0,8 y 1,5 % vol	100	20	100
Entre 1,5 y 3 % vol	50	70	100
Entre 3 y 6 % vol	25	100	100
Entre 6 y 9 % vol	20	100	100
Entre 9 y 18 % vol	20	200	200
Entre 18 y 22 % vol	20	200	250

(\*) Vino o mosto.

(\*) La masa del dicromato es de 33,791 g/l de solución a 15 °C para el grado alcohólico francés a 15°/15° y 33,611 g/l de solución para el grado alcohólico alemán a 20°/20°.

— 1 ml de la solución de 33,791 g/l oxida 7,93634 mg de alcohol,

— 1 ml de la solución de 33,611 g/l oxida 7,8940 mg de alcohol.

Estas correspondencias entre el dicromato y el alcohol son teóricas, han sido calculadas a partir de las masas volumicas o densidades de alcohol puro (100 % vol) indicadas en las tablas alcohométricas. Pueden variar en función de las masas atómicas de los elementos, que se revisan todos los años. Los números citados anteriormente han sido calculados con arreglo a la tabla de 1961. Dichas variaciones no tienen ninguna importancia práctica, dado que son mínimas.

Colocar en el aparato de arrastre o matraz de destilación descrito anteriormente el volumen V de líquido que debe analizarse, vino o mosto, indicado anteriormente, alcalinizar con un ligero exceso de lechada de cal 4 N y añadir el volumen de agua recomendado. Recoger el destilado en un matraz aforado cuyo volumen sea el indicado en la última columna del cuadro anterior. Enrasar con agua destilada.

Puede también diluirse el destilado, obtenido mediante una de las técnicas citadas anteriormente, llevando 50, 25 o 20 ml de este destilado a 100, 200 o 250 ml.

2. **Oxidación:** En un frasco de 250 ml con tapón esmerilado cuya boca termina en una parte ensanchada, lo que permite el lavado de la boca y del tapón sin pérdidas, echar 20 ml de solución valorada de dicromato potásico, 20 ml de ácido sulfúrico a 1/2 en volumen, y agitar. Añadir 10 ml de destilado, medidos exactamente.

Tapar el frasco mojando el tapón con una gota de ácido sulfúrico puro, agitar y esperar *treinta minutos, como mínimo*, agitando de vez en cuando.

3. **Valoración:** Valorar el exceso de dicromato añadiendo la solución de sulfato ferroso amónico con una bureta graduada. Cuando la coloración verde de la solución vire a verde-azulado, añadir 4 gotas de reactivo de ortofenantrolina. Dejar de añadir solución ferrosa cuando el medio pase de azul verdoso a marrón.

Como, muy a menudo, se suele pasar ligeramente el viraje, es necesario volver al viraje exacto, añadiendo una solución de permanganato potásico de 1,083 g/l. La décima parte del volumen empleado de esta solución se resta del volumen de la solución de sulfato ferroso, siendo n dicha diferencia.

Repetir la misma operación con un frasco similar en el que se habrán echado las mismas cantidades de los mismos reactivos, pero sustituyendo los 10 ml de destilado por 10 ml de agua pura. Sea n' el volumen de la solución ferrosa empleada.

#### Cálculos

n' ml de solución ferrosa reducen 20 ml de solución de dicromato que oxidan 200 mm<sup>3</sup> de alcohol puro, ó 0,2 ml. Un mililitro de solución ferrosa tiene el mismo poder reductor que:  $\frac{0,2}{n'}$  ml de alcohol.

n' — n ml de solución ferrosa tienen el mismo poder reductor que  $0,2 \frac{n - n'}{n'}$  ml de alcohol, contenidos en los 10 ml de destilado que contienen ellos mismos el alcohol de 10 % del volumen V de líquido tomado, si el destilado se ha llevado a 100 ml.

Por lo tanto  $0,2 \frac{n - n'}{n'}$  ml de alcohol están contenidos en  $\frac{V}{10}$  ml de líquido.

El grado alcohólico de este líquido es:

$$\frac{200 (n' - n)}{V \frac{n'}{10}}$$

Cuando el destilado se recoja en un matraz de 200 a 250 ml, esta fórmula se convierte en:

$$\frac{400 (n' - n)}{V \frac{n'}{10}} \text{ ó } \frac{500 (n' - n)}{V \frac{n'}{10}}$$

#### Advertencias

1. Las pipetas de 10 a 20 ml así como la bureta utilizadas para la determinación deben contrastarse y comprobar que la exactitud de las mismas es del 1 %, como mínimo.
2. La determinación del ácido acético formado permite controlar la determinación cromométrica del alcohol y comprobar la naturaleza del alcohol. El alcohol metílico, en particular, se oxida a gas carbónico y agua en las condiciones en que el alcohol etílico se transforma en ácido acético; pero es necesario prolongar a doce horas, como mínimo, la duración de la oxidación cuando para el alcohol etílico (\*) dicha oxidación dura solamente treinta minutos.

Es preciso señalar que un mililitro de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> de 33,600 g/l oxida 3,6596 mg de metanol.

Para determinar el ácido acético, arrastrar dicho ácido con vapor de agua y recoger una cantidad de destilado igual, como mínimo, a diez veces el volumen de la solución en la que se ha realizado la valoración cromométrica y a la que se habrá añadido un ligero exceso de sulfato ferroso.

Un mililitro de NaOH 0,1N equivale a 4,607 mg de alcohol etílico.

Un mililitro de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> de 33,600 g/l corresponde, por lo tanto, a 1,71 ml de NaOH 0,1N.

(\*) En las condiciones anteriormente indicadas, el ácido acético formado resiste indefinidamente a la mezcla crómica, la prolongación de la duración de la oxidación no varía la relación estequiométrica entre el etanol y el dicromato.

## 2.4. MÉTODOS USUALES

## PARA VINOS Y MOSTROS

## PRIMER MÉTODO USUAL

**Areometría***Aparatos*

1. Aparato de destilación: Es semejante al descrito para el método de referencia.

Como en el caso del método de referencia, puede utilizarse cualquier otro modelo de aparato, en especial, emplear el arrastre por vapor de agua para destilar alcohol, que permite acelerar esta operación siempre que el aparato y la técnica reúnan las condiciones indicadas para este método de referencia (ver página 00).

2. Alcohómetro: El alcohómetro utilizado debe atenerse a las disposiciones de la Directiva 76/765/CEE del Consejo, de 27 de julio de 1976, relativa a los alcohómetros y aerómetros para alcoholes.

Dichos aparatos deben ser controlados por un servicio de Estado.

Utilizar un termómetro graduado en grados y décimas de grados de 0 a 30 °C, contrastado para una precisión aproximada de  $1/22$  de grado.

La probeta estará formada por un tubo cilíndrico de 36 mm de diámetro y 320 mm de altura, mantenida verticalmente por un soporte con tornillos niveladores. En cualquier caso, el diámetro interior de la probeta debe ser superior, como mínimo, en 6 mm al diámetro del cuerpo del alcohómetro.

**Forma de operar**

1. *Destilación:* En los vinos jóvenes o espumosos deberá eliminarse previamente la mayor cantidad posible de gas carbónico, agitando 260 ml de vino en un frasco de 500 ml previamente siliconado en el interior.

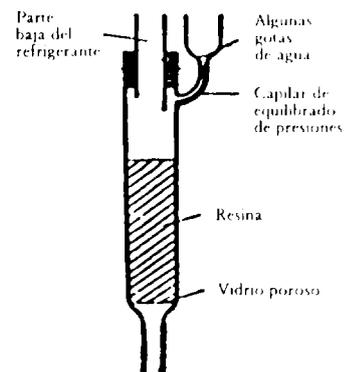
En el matraz de destilación, colocar 250 ml de vino medidos en un matraz aforado con cuello de 12 mm de diámetro interior, como máximo. Lavar el matraz con 5 ml de agua, cuatro veces; añadir 10 ml de lechada de cal de 120 g de CaO por litro. La alcalinidad del medio debe hacer virar la materia colorante del vino. En caso de vinos muy ácidos, picados, etc., añadir lechada de cal hasta franca alcalinización comprobada con fenolftaleína mediante toques externos. Añadir algunos fragmentos de materia porosa inerte y una gota de solución acuosa diluida al 1 % de silicona soluble en agua, si fuere necesario, para evitar la formación de espuma. Recoger el destilado en el mismo matraz en que se midió el vino y al cual se habrán añadido 10 ml de agua destilada. Deben destilarse, como mínimo, 200 ml.

Agitar y entrasar a la misma temperatura que inicialmente (con una aproximación de 5°).

*Nota:*

Puede evitarse la alcalinización del vino colocando en la salida del refrigerante una columna que contenga 10 g de resina cambiadora de aniones fuertemente básica, en forma de hidróxido, y muy lavada con agua destilada. Una placa de vidrio poroso soldada a la columna retiene la resina e impide el paso de las partículas más finas. La porosidad de la placa debe ser de 50 a 100 mesh. Esta resina retiene el ácido acético, el anhídrido sulfuroso libre y combinado, el anhídrido carbónico destilados.

En caso de vinos normales, diez gramos de resina sirven para 30 destilaciones. La regeneración se llevará a cabo con sosa cáustica al 5 % y 6 lavados con agua destilada (ver esquema).



2. *Medida de la densidad del destilado:* Colocar el destilado en una probeta cilíndrica de 36 mm de diámetro interior y 320 mm de altura. Mantener dicha probeta en posición vertical. Introducir el termómetro y el alcohómetro. La lectura del termómetro se hace un minuto después de haber agitado para homogeneizar la temperatura de la probeta, del termómetro, del alcohómetro y del destilado. Se retira el termómetro y se lee el grado alcohólico aparente después de dejar reposar un minuto. Deberán efectuarse al menos tres lecturas, usando una lupa. Se corregirá el grado aparente medido a 1° de la acción de la temperatura mediante la tabla adjunta.

Es preciso que la diferencia que exista entre la temperatura del líquido y la temperatura ambiente sea la menor posible (5 °C como máximo). En caso contrario, utilizar una probeta de doble pared en cuya cámara se habrá hecho un fuerte vacío.

## GRADO ALCOHÓLICO INTERNACIONAL A 20 °C

Tabla de correcciones que deben efectuarse sobre el grado alcohólico aparente para corregir la acción de la temperatura

Sumar o restar al grado alcohólico aparente a t° (alcohómetro de vidrio ordinario) la corrección indicada a continuación

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

## GRADO ALCOHÓLICO INTERNACIONAL A 20 °C

Tabla de correcciones que deben efectuarse sobre el grado alcohólico aparente para corregir la acción de la temperatura

Sumar o restar al grado alcohólico aparente a t° (alcohómetro de vidrio ordinario) la corrección indicada a continuación

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

## SEGUNDO MÉTODO USUAL

**Densimetría con balanza hidrostática**

El aparato de destilación y la forma de operar para este método son idénticos a los utilizados para el primer método usual.

El aparato, el tarado del flotador, la forma de operar han sido descritos en el método para determinar la masa volúmica, pero la medida de la masa volúmica del destilado debe ser más precisa que la del vino. Debe obtenerse con una precisión de al menos  $5 \cdot 10^{-5}$ . Para lograr este resultado, es conveniente utilizar un flotador de 50 ml, como mínimo, y tomar cuantas precauciones sean necesarias para evitar toda evaporación del alcohol y para conocer la temperatura  $t^{\circ}$  del destilado con una precisión de una décima de grado Celsius, como mínimo.

Las fórmulas para el cálculo han sido asimismo indicadas anteriormente.

Conociendo  $p_t$  a  $t^{\circ}\text{C}$ , se determinará el grado alcohólico mediante una de las tablas de las masas volúmicas, que se elegirá según el tipo de vidrio del flotador, siguiendo el mismo procedimiento de interpolación que para el método de referencia.

## 2.5. APÉNDICE AL MÉTODO DE REFERENCIA PARA LA MEDIDA DE LA MASA VOLÚMICA DEL DESTILADO

## PICNOMETRÍA SOBRE BALANZA MONOPLATO

**Fundamento**

El fundamento de la técnica de determinación de la masa volúmica del destilado queda recogido en el capítulo «densidad relativa  $\frac{20}{20}$ ».

**Ejemplo numérico**

Las constantes del picnómetro han sido determinadas y calculadas en el capítulo «densidad relativa  $\frac{20}{20}$ ».

**Cálculos**

## 1. Pesada del picnómetro lleno del destilado:

Peso del frasco en el momento de la determinación:

$$T_1 = 171,9178$$

Picnómetro lleno de destilado a  $20,50^{\circ}\text{C}$ :

$$P_2 = 167,8438$$

Variación del empuje del aire:

$$dT = 171,9178 - 171,9160 = + 0,0018$$

Masa del destilado a  $20,50^{\circ}\text{C}$ :

$$L_t = 167,8438 - (67,6695 + 0,0018) = 100,1725$$

Masa volúmica aparente del destilado:

$$\rho_{20,50^{\circ}\text{C}} = \frac{100,1725}{100,8194} = 0,983825$$

## 2. Cálculo del grado alcohólico:

Remitirse a la tabla de las masas volúmicas aparentes de las mezclas hidroalcohólicas a diferentes temperaturas, como se indica anteriormente.

Sobre la línea  $20^{\circ}\text{C}$  de la tabla de las masas volúmicas aparentes, la menor masa superior a la masa observada 0,983825 es 0,98471 en la columna 10 % vol

La masa volúmica a  $20^{\circ}\text{C}$  es:  
 $(98382,5 + 0,50 \cdot 24) 10^{-5} = 0,983945$   
 $0,98471 - 0,983945 = 0,000765$

La parte décima del grado alcohólico es:  
 $76,5/119 = 0,64$

El grado alcohólico es 10,64 % vol

### 3. EXTRACTO SECO TOTAL

#### Materias secas totales

#### 3.1. DEFINICIÓN

*El extracto seco total o materias secas totales* es el conjunto de todas las sustancias que no se volatizan bajo determinadas condiciones físicas. Dichas condiciones físicas deben establecerse de tal forma que las sustancias que componen este extracto sufran el mínimo de alteraciones.

*El extracto no reductor* es el extracto seco total menos los azúcares totales.

*El extracto reducido* es el extracto menos los azúcares totales que excedan de 1 g/l, el sulfato potásico que exceda de 1 g/l, el manitol, si lo hubiere, y todas las sustancias químicas añadidas, en su caso, al vino.

*El resto del extracto* es el extracto no reductor menos la acidez fija expresada en ácido tártrico.

El extracto se expresa en gramos por litro y debe determinarse con una aproximación de 0,5 g.

#### 3.2. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

##### Método único: método densimétrico

El extracto seco total se calcula indirectamente a partir del valor de la densidad del residuo sin alcohol, o vino cuyo alcohol ha sido extraído y que ha sido llevado al volumen inicial con agua.

Este extracto seco se expresa como la cantidad de sacarosa que, disuelta en una cantidad de agua suficiente para obtener un litro, da una solución con la misma densidad que el residuo sin alcohol. La Tabla nº I da dicha cantidad.

##### Método de cálculo

La densidad  $d_r^{20}$  del «residuo sin alcohol» se calcula mediante la fórmula de Tabarié:

$$d_r = d_v - d_a + 1,000$$

donde  $d_v$  = densidad del vino a 20 °C con relación al agua a 20 °C (corregida de la acidez volátil) <sup>(1)</sup>;

$d_a$  = densidad a 20 °C de la mezcla hidroalcohólica del mismo grado alcohólico que el vino, referida al agua a 20 °C.

Puede asimismo calcularse  $d_r$  a partir de las masas volúmicas a 20 °C,  $\rho_v$  del vino y  $\rho_a$  de la mezcla hidroalcohólica del mismo grado por la fórmula:

$$d_r = 1,0018 (\rho_v - \rho_a) + 1,000$$

donde el coeficiente 1,0018 puede prácticamente asimilarse a 1 cuando  $\rho_v$  sea inferior a 1,05, siendo este caso el más frecuente.

La tabla I se utilizará para calcular el extracto seco a partir de la densidad  $d_r$ .

En el caso de mostos, el extracto seco total se calculará a partir de la densidad relativa  $d_{20}^{20}$  con ayuda de esta misma tabla.

<sup>(1)</sup> Antes de hacer este cálculo, la densidad (o la masa volúmica) del vino, medida como se indica anteriormente, debe ser corregida de la acción de la acidez volátil según la fórmula:

$$d_v = d_{20}^{20} - 0,0000086 a \text{ ó } \rho = \rho_{20} - 0,0000086 a$$

siendo  $a$  la cantidad de acidez volátil en miliequivalentes por litro.

TABLE I  
para el cálculo del contenido en extracto  
(g/l)

Densidad con dos decimales	Tercera 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	158,6	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	276,6	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	530,5	533,3	536,0	538,7	541,4	544,1	546,8	549,6	552,3
1,21	555,0	557,7	560,4	563,1	565,8	568,5	571,2	573,9	576,6	579,3
1,22	582,0	584,8	587,5	590,2	593,0	595,7	598,4	601,1	603,9	606,6
1,23	609,3	612,1	614,8	617,5	620,3	623,0	625,7	628,4	631,2	633,9
1,24	636,6	639,4	642,1	644,9	647,6	650,3	653,1	655,8	658,6	661,3
1,25	664,0	666,8	669,5	672,3	675,0	677,7	680,5	683,2	686,0	688,7
1,26	691,4	694,2	697,0	699,8	702,5	705,3	708,1	710,8	713,6	716,4
1,27	719,1	721,9	724,7	727,4	730,2	732,9	735,7	738,5	741,2	744,0
1,28	746,7	749,5	752,3	755,1	757,8	760,6	763,4	766,1	768,9	771,7
1,29	774,4	777,2	780,0	782,8	785,6	788,3	791,1	793,9	796,7	799,5
1,30	802,3	805,0	807,8	810,6	813,4	816,2	819,0	821,8	824,6	827,4
1,31	830,2	833,1	835,9	838,7	841,5	844,3	847,1	849,9	852,7	855,5
1,32	858,3	861,2	864,0	866,8	869,6	872,4	875,3	878,1	880,9	883,7
1,33	886,5	889,4	892,2	895,0	897,9	900,7	903,5	906,4	909,2	912,0
1,34	914,8	917,7	920,5	923,3	926,2	929,0	931,8	934,7	937,5	940,3
1,35	943,1	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Tabla intercalar

Cuarto decimal de la densidad	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Gramos de extracto por litro	0,26	0,52	0,78	1,04	1,30	1,56	1,82	2,08	2,34

#### 4. AZÚCARES REDUCTORES

##### 4.1. DEFINICIÓN

Los azúcares reductores, constituidos por el conjunto de los azúcares con función cetónica y aldehídica, se determinan por la acción reductora de los mismos sobre una solución cupro-alkalina.

Su determinación entraña dos operaciones sucesivas: la defecación y la determinación propiamente dicha.

##### 4.2. FUNDAMENTO DE LOS MÉTODOS

###### 1. Defecación

*Método de referencia:* Paso del vino neutralizado y sin alcohol por una columna intercambiadora donde sus uniones son intercambiados por iones acéticos, seguido de la defecación por el acetato neutro de plomo.

*Métodos usuales:* Se trata el vino con uno de los reactivos siguientes:

- A. acetato neutro de plomo;
- B. ferrocianuro de cinc.

###### 2. Determinación

*Método único:* Después de hacer reaccionar el vino defecado con una cantidad determinada de solución cupro-alkalina, se determina el exceso de iones cúpricos por yodometría.

###### 3. Expresión de los resultados

La cantidad de azúcares reductores se expresa en gramos de azúcar invertido por litro, con una aproximación de 0,1 g.

##### 4.3. DEFECACIÓN

El líquido en el que se pretende determinar los azúcares debe presentar un contenido en azúcares comprendido entre 0,5 y 5 g/l.

Si el vino es seco, hay que evitar diluirlo durante la defecación; si es dulce, hay que diluirlo mientras se defeca, para conseguir un contenido en azúcares entre dichos límites según el cuadro adjunto (1).

Denominación	Contenido en azúcares comidos entre (g)	Masa volúmica comprendida entre	Dilución que se prevé (%)
Mostos y mistelas	125 y 350	> 1,038	1
Vinos dulces espirituosos o no	12,5 y 125	1,005 — 1,038	4
Vinos semisecos	5 y 25	0,997 — 1,006	20
Vinos secos	< 5	< 0,997	sin dilución

Si se pretende determinar la cantidad de azúcares y el poder rotatorio, es conveniente obtener un líquido incoloro lo más concentrado posible que permita la mejor medida polarimétrica, y diluir después para la determinación química de los azúcares, que se efectuará sobre el mismo líquido.

##### 1. MÉTODOS DE REFERENCIA

###### Preparación de la columna de resina intercambiadora de aniones

Se utiliza una bureta de 50 mililitros cuyo extremo superior lleva soldado un cilindro de vidrio que sirve de depósito. Al fondo de la bureta, se coloca un pequeño tapón de lana de vidrio y 15 ml de resina Dowex 3 (20-25 mallas).

(1) De una forma más exacta, el contenido en azúcares S puede evaluarse mediante la fórmula:

$$S = 2\,590 (\rho - 1 + 0,0011 A) - 18,6$$

donde:

$\rho$  = masa volúmica del vino,

A = grado alcohólico.

Las indicaciones de esta fórmula, y *a fortiori* del cuadro siguiente no pueden ser más que aproximadas, y es preciso a veces recomenar no pueden ser más que aproximadas, y es preciso a veces recomenar la determinación de los azúcares después de una nueva dilución, si el contenido en azúcares sobrepasa el contenido límite de 5 gramos por litro.

Al principio, se somete la resina a dos ciclos completos de regeneración, pasando alternativamente soluciones N de ácido clorhídrico y de hidróxido de sodio. Después de lavar con 50 ml de agua destilada, se pasa la resina a un vaso, se añaden 50 ml de una solución 4 N de ácido acético y se agita durante 5 minutos. Después de esto se vuelve a llenar la bureta y hacer pasar a través de la columna 100 ml de la solución 4 N de ácido acético. (Es preferible tener una reserva de resina conservada en un frasco lleno de solución 4 N de ácido acético; así se evita el lavado de la columna con la solución de ácido acético). Se lava la columna con agua destilada hasta que el eluido sea neutro.

Regeneración de la resina. Se hacen pasar 150 ml de una solución 2 N de hidróxido sódico que elimina los ácidos y gran parte de la materia colorante fijada en la resina. Se lava con 100 ml de agua y se hacen pasar 100 ml de solución 4 N de ácido acético. Se lava la columna hasta que el eluido sea neutro.

### Soluciones

Solución de acetato neutro de plomo (aproximadamente saturada):

- acetato neutro de plomo            250 g
- agua muy caliente csp            500 ml

Agitar hasta dilución.

### Forma de operar

- a) *Vinos secos*: Se ponen 50 ml de vino en un vaso cilíndrico de 10-12 cm de diámetro aproximadamente y se añaden ( $n - 0,5$ ) ml de una solución N de hidróxido de sodio (siendo n el volumen de una solución N/10 de hidróxido de sodio utilizado para la determinación de la acidez de 5 ml de vino). Se evapora sobre un baño maría hirviendo, proyectando una corriente de aire caliente hasta que el líquido se haya reducido, aproximadamente, a 20 ml.

Hacer pasar este líquido a través de una columna intercambiadora de aniones Dowex 3 (20-50 mallas), en forma de acetato, a razón de 3 ml cada 2 minutos. Los ácidos son fijados por la resina e intercambiados por el ácido acético. El eluido se recoge en una matraz aforado de 100 ml. Lavar 6 veces el vaso y la columna con 10 ml de agua destilada, añadir, agitando, 1 ml de solución saturada de acetato de plomo y 0,5 g de carbonato de calcio; agitar varias veces y dejar reposar durante al menos 15 minutos; enrasar con agua. Filtrar.

1 ml de este filtrado corresponde a 0,5 ml de vino.

- b) *Mostos, mistelas y vinos dulces* (Determinación de los azúcares sin determinación de la desviación polarimétrica).

*Primer caso* — *Mostos y mistelas*: Diluir al 10 % el líquido que deba analizarse, tomar 10 ml de dicha solución.

*Segundo caso* — *Vinos dulces, espirituosos o no*, cuya masa volúmica esté comprendida entre 1,005 y 1,038. Tomar 20 ml del líquido que deba analizarse previamente diluido al 20 %.

*Tercer caso* — *Vinos semisecos*, cuya masa volúmica esté comprendida entre 0,997 y 1,006.

Tomar 20 ml de vino sin diluir.

Hacer pasar el volumen de vino o de mosto indicado anteriormente a través de una columna intercambiadora de aniones Dowex 3 (20-50 mallas) en forma de acetato, a razón de 3 ml cada 2 minutos. Recoger el eluido en un matraz de 100 ml, lavar la columna con agua hasta obtener, aproximadamente 90 ml de eluido. Añadir 0,5 g de carbonato cálcico, 1 ml de acetato de plomo en solución saturada; agitar y dejar reposar durante al menos 15 minutos, agitando de vez en cuando; enrasar. Filtrar.

*Primer caso*:                            1 ml de filtrado corresponde a 0,01 ml de mosto o de mistela.

*Segundo caso*:                        1 ml de filtrado corresponde a 0,04 ml de vino dulce.

*Tercer caso*:                            1 ml de filtrado corresponde a 0,20 ml de vino semisecco.

- c) *Vinos dulces en los que quiere determinar el poder rotatorio* (vinos de vendimia botrilizada, endemizada, etc, vinos dulces naturales y vinos de licor): operar tal como se indica en el párrafo primero de la letra a), pero diluir el vino, sin alcohol, a 100 ml, aproximadamente, antes de hacerlo pasar a través de la columna intercambiadora de aniones. El eluido se recoge en un matraz de 200 ml; lavar la columna con agua destilada hasta obtener, aproximadamente, 180 ml de eluido. Añadir, agitando, 1 ml de solución saturada de acetato de plomo y 0,5 g de carbonato cálcico; agitar varias veces y dejar reposar durante al menos 15 minutos; enrasar con agua y filtrar.

1 ml de este líquido corresponde a 0,25 ml de vino.

## 2. MÉTODOS USUALES

## A. Defecación con acetato neutro de plomo.

**Solución**

Solución de acetato neutro de plomo (aproximadamente saturada)

- acetato neutro de plomo: 250 g
- agua muy caliente csp: 500 ml

Agitar hasta disolución.

**Forma de operar**

- a) *Vinos secos*. Se ponen 50 ml de vino en un matraz aforado de 100 ml, añadir (n — 0,5) ml de solución normal de hidróxido desodio, siendo n el volumen de solución 0,1 N utilizada para determinar la acidez total de 5 ml de vino. Añadir, agitando, 2,5 ml de solución saturada de acetato de plomo y 0,5 g de carbonato cálcico; agitar varias veces y dejar reposar al menos 15 minutos; enrasar con agua y filtrar.

1 ml de filtrado corresponde a 0,5 ml de vino.

- b) *Mostos, mistelas y vinos dulces* (determinación de los azúcares sin medida de la desviación polarimétrica).

En un matraz aforado de 100 ml, colocar un volumen de vino (o de mosto o de mistela) así definido:

*Primer caso* — *Mostos y mistelas*: diluir al 10 % el líquido que deba analizarse, tomar 10 ml de esta solución.

*Segundo caso* — *Vinos dulces, espirituosos o no*, cuya masa volúmica esté comprendida entre 1,005 y 1,038: tomar 20 ml de líquido que deba analizarse previamente diluido al 20 %.

*Tercer caso* — *Vinos semisecos*, cuya masa volúmica esté comprendida entre 0,997 y 1,006: tomar 20 ml de vino sin diluir.

Añadir 0,5 g de carbonato de calcio, 60 ml de agua aproximadamente y 0,5, 1 ó 2 ml de acetato de plomo en solución saturada; agitar y dejar reposar durante al menos 15 minutos, agitando de vez en cuando. Enrasar y filtrar.

*Primer caso*: 1 ml de filtrado corresponde a 0,01 ml de mosto o mistela.

*Segundo caso*: 1 ml de filtrado corresponde a 0,04 ml de vino dulce.

*Tercer caso*: 1 ml de filtrado corresponde a 0,20 ml de vino semisecho.

## B. Defecación con ferrocianuro de cinc

Dicho procedimiento de defecación sólo deberá utilizarse para los vinos blancos, vinos dulces poco coloreados y mostos.

**Soluciones**

*Solución de ferrocianuro de potasio I:*

- ferrocianuro de potasio: 150 g
- agua csp: 1 000 ml

*Solución de sulfato de cinc II:*

- sulfato de cinc: 300 g
- agua csp: 1 000 ml

**Forma de operar**

En un matraz aforado de 100 ml, poner un volumen de vino (o de mosto o de mistela) así definido:

*Primer caso* — *Mostos y mistelas*: diluir al 10 % el líquido que deba analizarse, tomar 10 ml de dicha solución.

*Segundo caso* — *Vinos dulces, espirituosos o no*, cuya masa volúmica esté comprendida entre 1,005 y 1,038. Tomar 20 ml de líquido que deba analizarse previamente diluido al 20 %.

*Tercer caso* — *Vinos semisecos*, cuya masa volúmica esté comprendida entre 0,997 y 1,006. Tomar 20 ml de vino sin diluir.

*Cuarto caso* — *Vinos secos*: Tomar 50 ml de vino sin diluir.

Añadir 5 ml de solución de ferrocianuro de potasio I y 5 ml de solución de sulfato de cinc II. Mezclar. Enrasar. Esperar 10 minutos, filtrar.

*Primer caso*: 1 ml de filtrado corresponde a 0,01 ml de mosto o de mistela.

*Segundo caso*: 1 ml de filtrado corresponde a 0,04 ml de vino dulce.

*Tercer caso*: 1 ml de filtrado corresponde a 0,20 ml de vino semisecho.

*Cuarto caso*: 1 ml de filtrado corresponde a 0,50 ml de vino seco.

## 4.4. DETERMINACIÓN DE LOS AZÚCARES

**Solución de azúcar invertido que sirve de referencia**

Todo químico debe comprobar su técnica mediante una solución valorada de azúcar invertido. Dicha solución se preparará como se indica a continuación:

Solución de azúcar invertido de 10 g/l.

Es un matraz aforado de un litro, se ponen:

sacarosa pura y seca	9,50 g,
agua, aproximadamente	100 ml,
ácido clorhídrico concentrado (d = 1,16 - 1,19)	5 ml

Después de siete días a la temperatura de 10 - 15 °C o tres días a la temperatura de 20—25 °C el azúcar estará hidrolizado; llevar entonces hasta 1 000 ml a la temperatura de 20 °. Esta solución ácida se conserva bien, durante un mes. Para su empleo y poco antes del mismo, neutralizar la mayor parte del ácido libre con sosa (esta solución ácida es, aproximadamente, 0,06 N).

*Nota:*

Puede obtenerse, de forma rápida, esta solución de azúcar invertido, preparando la solución de azúcar acidificada en un pequeño matraz de 200 ml y poniéndolo en un baño maría a 60 °C durante un tiempo suficiente para que la temperatura de la solución alcance 50 °C, temperatura que se mantendrá durante quince minutos. Dejar después el matraz a temperatura ambiente durante media hora; seguidamente enfriarlo por inmersión en un baño de agua fría. Se pasa a un matraz aforado de 1 l y se enrasa a 20 °C. Para el ensayo de la técnica elegida, se efectuará la determinación del azúcar invertido sobre varias diluciones cubriendo toda la gama de las concentraciones en que es utilizable.

## 4.5. DETERMINACIÓN DEL EXCESO DE ION CÚPRICO POR IODOMETRÍA

La cantidad de cobre precipitado por la acción del licor de defecación sobre el licor cuproalcalino se determina por yodometría.

**Soluciones**

Solución cupro-alcalina:

— Sulfato de cobre puro, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	25 g,
— Ácido cítrico	50 g,
— Carbonato de sodio cristalizado, $10 \text{H}_2\text{O}$	388 g,
— Agua csp	1 000 ml.

Disolver el sulfato de cobre en 100 ml de agua, el ácido cítrico en 300 ml de agua y el carbonato de sodio en 300—400 ml de agua caliente. Mezclar la solución de ácido cítrico y la solución de carbonato de sodio. Añadir después la solución de sulfato de cobre y llevar hasta un litro.

Solución de yoduro de potasio al 30 %:

— yoduro de potasio	30 g,
— agua csp	100 ml

Conservar en un frasco color topacio.

Ácido sulfúrico al 25 %:

— ácido sulfúrico puro	25 ml
— agua csp	100 ml

Verter el ácido en el agua, dejar enfriar y llevar hasta 100 ml.

Almidón de 5 g/l que contenga 200 g de cloruro de sodio por litro para asegurar su conservación. Esta solución debe mantenerse diez minutos en ebullición, en el momento de su preparación.

Tiosulfato de sodio 0,1 N

**Forma de operar**

En un erlenmeyer de 300 ml, echar 25 ml de la solución cuproalcalina, 15 ml de agua y 10 ml de licor de defecación. Este volumen de licor azucarado no debe contener más de 60 mg de azúcar invertido.

Añadir algunos granos de piedra pómez y llevar a ebullición, que debe alcanzarse a los dos minutos. Acoplar al erlenmeyer un refrigerante de reflujo y mantener la ebullición durante diez minutos exactamente.

Enfriar inmediatamente bajo un chorro de agua fría. Después de que el líquido esté bien frío, añadir 10 ml de la solución de yoduro de potasio al 30 %, 25 ml de ácido sulfúrico al 25 % y 2 ml de almidón.

Valorar con la solución 0,1N de tiosulfato de sodio. Sea n, el número de mililitros utilizados.

Por otro lado, realizar una prueba en blanco en la que los 25 ml de licor azucarado son sustituidos por 25 ml de agua destilada sea n' el volumen de tiosulfato empleado.

**Cálculos**

La cantidad de azúcar, expresada en azúcar invertido, contenida en la muestra se da en la tabla adjunta en función del número n-n' de mililitros de tiosulfato utilizados.

Expresar el contenido del vino en gramos de azúcar invertido por litro, teniendo en cuenta las diluciones realizadas durante la defecación y el volumen de la muestra.

**Tabla de correspondencia entre el volumen de solución 0,1 N de tiosulfato de sodio:  
(n'-n) ml, y la cantidad de azúcares reductores en mg**

Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (ml 0,1 N)	Azúcares reductores (mg)	Dif.	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (ml 0,1 N)	Azúcares reductores (mg)	Dif.
1	2,4	2,4	13	33,0	2,7
2	4,8	2,4	14	35,7	2,8
3	7,2	2,5	15	38,5	2,8
4	9,7	2,5	16	41,3	2,9
5	12,2	2,5	17	44,2	2,9
6	14,7	2,6	18	47,1	2,9
7	17,2	2,6	19	50,0	3,0
8	19,8	2,6	20	53,0	3,0
9	22,4	2,6	21	56,0	3,1
10	25,0	2,6	22	59,1	3,1
11	27,6	2,7	23	62,2	
12	30,3	2,7			

## 5. SACAROSA

### 5.1. FUNDAMENTO DE LOS MÉTODOS

#### 1. Método de referencia

- a) para las determinaciones cualitativas

Método por cromatografía en capa fina. La sacarosa se identifica en los mostos y los vinos después de separar la glucosa y la levulosa por cromatografía en capa fina sobre placa recubierta de polvo de silicagel que contiene acetato sódico. El revelador (ácido tiobarbitúrico y ácido tricloroacético) es incorporado al solvente (acetato de etilo, isopropanol y agua). La sacarosa, por calentamiento en medio ácido, produce hidroximetilfurfural que, al reaccionar con el ácido tiobarbitúrico, produce una coloración amarillo-anaranjada.

- b) para la determinación tras la inversión:

Se determina la sacarosa comparando los poderes reductores, antes y después de la hidrólisis clorhídrica controlada, del licor obtenido por defecación del vino. Este licor de defecación se prepara de acuerdo con los procedimientos descritos en el capítulo «azúcares reductores».

La determinación de los azúcares reductores antes y después de la hidrólisis se efectúa por el método descrito en el capítulo «azúcares reductores».

#### 2. Método usual

- a) para las determinaciones cualitativas

Método colorimétrico. Se defeca el vino con el acetato de plomo, el óxido de magnesio en polvo y el permanganato de potasio a pH 8—9. Sobre el defecado, se hace actuar la difenilamina en medio clorhídrico y acético y a la temperatura de 100 °C. El producto de condensación obtenido en presencia de sacarosa es extraído por el cloroformo que se colorea de azul.

- b) para la determinación tras la inversión: ver bajo la letra a) bb).

### 5.2. DETERMINACIÓN CUALITATIVA

#### 1. MÉTODO DE REFERENCIA

##### Método por cromatografía en capa fina

##### Material

- aparatos para cromatografía en capa fina:
  - extensor de capa;
  - gradilla porta-placas;
  - cubeta de cromatografía;
  - microjeringa o micropipeta;
- Estufa con circulación de aire forzado.

##### Soluciones y reactivos:

- polvo de silicagel;
- acetato de sodio en solución 0,02 M;

*Preparación de las placas:* Mezclar 30 g de polvo de silicagel y 60 ml de acetato de sodio 0,02 M para obtener una suspensión homogénea. Extender la muestra sobre las placas con un espesor de 0,30 mm.

- solvente con revelador incorporado.

##### Preparar la mezcla siguiente:

acetato de etilo	65 partes,
isopropanol	30 partes,
agua	5 partes.

Cuando vaya a utilizarse, añadir:

0,3 % de ácido 3-tiobarbitúrico,

0,5 % de ácido tricloroacético en cristales.

Soluciones de referencia:

solución de sacarosa de 0,05 mg por 100 ml,

soluciones de sacarosa y de azúcares reductores.

Preparar las soluciones siguientes:

«A»: solución de sacarosa al 0,5 %.

«B»: solución que contenga 5 % de glucosa y 5 % de fructosa.

En matraces aforados de 10 ml, poner 1 ml de solución «A» y 1, 2, 3, 4, 5 ml de solución «B» con agua destilada. Se obtienen una serie de soluciones de referencia en porcentajes crecientes de azúcares reductores.

### Preparación de la muestra

Cuando el vino tenga mucho color, es necesario tratarlo con un carbón activo antes de depositarlo sobre la placa.

### Obtención del cromatograma

Los líquidos estudiados deben depositarse en la placa, en una línea de partida situada a 2,5 cm del borde de la misma, sumergiéndose dicha placa en el solvente a una profundidad de 3 cm y quedando separadas las muestras 3 cm unas de otras.

En función del contenido en azúcares reductores, se deposita de 1 a 5 µl de muestra. Cada mancha no debe contener más de 0,25 mg de azúcares reductores. Se deposita igualmente sobre la placa 5 µl de las soluciones de referencia. Para conseguir manchas de pequeño diámetro, deben depositarse las soluciones por fracciones, en varias veces, secando con una débil corriente de aire frío cada vez que se deposita una fracción de muestra.

Se aconseja quitar medio centímetro de capa de sílice de los bordes laterales de la placa, antes de colocarla en la cubeta de cromatografía que contiene el solvente. La atmósfera de la cubeta debe estar bien saturada de solvente.

Dejar que el solvente ascienda hasta una altura de 16 cm a partir de la línea de partida.

Una vez retirada la placa de la cubeta, se seca con una corriente de aire y después se coloca en la estufa durante 15 minutos a 105 °C paralelamente a la corriente de aire.

En presencia de sacarosa, aparece una mancha de color amarillo anaranjado cuyo R<sub>f</sub> es idéntico al de la sacarosa en las soluciones de referencia. La glucosa y la fructosa producen una mancha de color amarillo anaranjado cuyo R<sub>f</sub> es superior al de la mancha de sacarosa.

## 2. MÉTODO USUAL

### Método colorimétrico

Soluciones:

— acetato neutro de plomo cristalizado;

— óxido de magnesio pesado en polvo;

— solución de permanganato de potasio al 2 %;

— cloroformo;

— reactivo de difenilamina. A 10 ml de solución de difenilamina al 10 % en alcohol etílico absoluto, añadir 20 ml de ácido acético glacial y 70 ml de ácido clorhídrico puro ( $d_4^{20}$ : 1,18 a 1,19).

Se recomienda comprobar la pureza del reactivo: a 2 ml — de reactivo de difenilamina, se añaden 2 ml de agua destilada y se colocan en un baño de agua hirviendo durante 5 minutos. Se enfría la solución bruscamente por inmersión en agua fría, se extrae con 1 ml de cloroformo. No debe aparecer coloración azul.

**Forma de operar**

Disolver 100 a 200 mg de óxido de magnesio y alrededor de 200 mg de acetato neutro de plomo en 10 ml de agua; llevar al baño maría regulado a 90-95 °C durante 3 a 5 minutos. Añadir 2 ml de vino o de mosto que debe estar transparente y tener un contenido en azúcares totales inferior al 1 %.

Diluir la muestra, si fuere necesario, para llevar el contenido en azúcares de la misma a estos límites.

Comprobar que el acetato de plomo ha sido añadido en cantidad suficiente pero sin exceso, lo cual disminuiría la sensibilidad de la reacción. Al líquido claro que sobrenada, añadir gota a gota una solución concentrada de acetato neutro de plomo hasta que no se forme ningún precipitado. Agitar y seguir manteniendo en baño maría hasta que esté limpio el líquido sobrenadante. Añadir entonces sulfato sódico en solución saturada para eliminar el exceso de plomo.

Añadir 0,5 ml de la solución de permanganato de potasio y mantener en el baño maría (90-95 °C) durante 10 minutos.

Enfriar bruscamente por inmersión en agua fría y filtrar.

Puede aparecer una coloración amarilla, ésta no interfiere posteriormente la reacción.

Echar 2 ml del líquido filtrado en un tubo de ensayo, añadir 2 ml de reactivo de difenilamina; mantener en el baño maría hirviendo durante 5 minutos exactamente. Enfriar por inmersión en agua fría, añadir 1 ml de cloroformo y extraer inmediatamente la coloración.

Los vinos secos, no adicionados de sacarosa dan, como máximo, una coloración gris azulada muy débil; en presencia de sacarosa, se desarrolla una neta coloración azul.

Los vinos que contengan azúcar residual, los mostos procedentes de uva madura y los mostos concentrados dan, en ausencia de sacarosa, una coloración amarilla oro y en presencia de sacarosa una neta coloración verde.

La reacción es sensible a partir de 0,2 mg de sacarosa en la muestra sometida a análisis.

**5.3. DETERMINACIÓN TRAS LA INVERSIÓN****MÉTODO ÚNICO****Forma de operar**

Tomar en dos recipientes idénticos A y B la misma muestra de licor de defecación, obtenida según el método descrito en el capítulo «azúcares reductores». Añadir a los dos recipientes A y B un volumen de ácido clorhídrico puro a razón de 0,3 ml por cada 10 ml de licor azucarado. En el recipiente A añadir inmediatamente el mismo volumen de sosa 12 N, es decir 0,3 ml por cada 10 ml de licor azucarado, y proceder a la determinación de los azúcares reductores siguiendo la forma de operar del método descrito en el capítulo «azúcares reductores».

El recipiente B que contiene el licor azucarado acidificado se pone en un baño maría hirviendo durante 2 minutos. Dejar enfriar espontáneamente el recipiente durante 15 minutos. Añadir entonces el mismo volumen de sosa 12 N que en el recipiente A y proceder a la determinación.

La diferencia entre las cantidades de azúcares reductores encontrados en estas dos determinaciones, multiplicadas por 0,95, da el contenido en azúcar de la muestra. Expresar este contenido en gramos por litro de vino teniendo en cuenta las diluciones realizadas, en su caso, durante la defecación y el volumen de la muestra de licor azucarado sometido a análisis.

## 6. CENIZAS

### 6.1. DEFINICIÓN

Se denominan cenizas al conjunto de los productos resultantes de la incineración del residuo de evaporación del vino, llevada a cabo de manera que se obtenga la totalidad de las cationes (excluido el amonio) en forma de carbonato y otras sales minerales anhidras.

### 6.2. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

Incineración del extracto de vino llevada a cabo entre 500 y 550 °C hasta combustión total del carbono.

La cantidad de cenizas se expresará en gramos por litro y su determinación se realizará con una precisión de 0,03 g.

### 6.3. MÉTODO ÚNICO

Se ponen 20 ml de vino en una cápsula de platino de 70 mm de diámetro y 25 mm de altura, de fondo plano, previamente tarada en una balanza con una sensibilidad del décimo de miligramo. Se evapora con precaución, preferentemente al baño maría. Calentar el residuo a temperatura moderada durante media hora, aproximadamente, sobre una placa refractaria o bajo un evaporador de infrarrojos hasta que se produzca la carbonización. Cuando ya no emita vapores, colocar la cápsula en un horno eléctrico con circulación continua de aire, a  $525\text{ °C} \pm 25\text{ °}$ . Después de 5 minutos de carbonización completa, sacar la cápsula, añadir 5 ml de agua que se evaporan luego sobre un baño maría o bajo un evaporador y calentar de nuevo a 525 °C.

Si la combustión de las partículas carbonosas no ha terminado después de quince minutos, volver a realizar la misma operación de lavado de las partículas carbonosas, evaporación del agua y recalcinación.

Para los vinos ricos en azúcares, se recomienda añadir al extracto algunas gotas de aceite vegetal puro antes de proceder a la primera calcinación, para impedir que se desborde el contenido. Deberá prolongarse la duración de la primera carbonización a 15 minutos.

Después de enfriar la cápsula en un desecador se pesa. Se multiplica por 50 el peso de las cenizas para expresarlo en gramos por litro.

## 7. ALCALINIDAD DE LAS CENIZAS

### 7.1. DEFINICIÓN

Se denomina *alcalinidad total de las cenizas* a la suma de los cationes, distintos del amonio, combinados con los ácidos orgánicos del vino.

Se denomina *alcalinidad parcial de las cenizas* a la alcalinidad debida únicamente a los carbonatos, óxidos y silicatos contenidos en estas cenizas.

*La alcalinidad por gramo de cenizas (o cifra de alcalinidad)* se calcula dividiendo la alcalinidad total, expresada en gramos de carbonato potásico, por el peso de las cenizas.

### 7.2. FUNDAMENTO DE LOS MÉTODOS

#### a) Alcalinidad total

Valoración con ácido sulfúrico por retroceso después de calentar y utilizando el naranja de metilo como indicador.

#### b) Alcalinidad parcial

Valoración con ácido sulfúrico por retroceso, en presencia de un ligero exceso de iones ceriosos y con un indicador coloreado cuyo viraje se produzca a pH 4,5.

#### Expresión de los resultados

La alcalinidad de las cenizas se expresa, o bien en miliequivalentes por litro determinados con una aproximación de 0,5, o bien en gramos de carbonato de potasio por litro.

### 7.3. ALCALINIDAD TOTAL

#### MÉTODO ÚNICO

##### Forma de operar

Después de pesar las cenizas, añadirles 10 ml de ácido sulfúrico 0,1 N y llevar la cápsula a un baño maría hirviendo manteniéndola durante un cuarto de hora y rascando, varias veces, el fondo de la cápsula con una varilla de vidrio para activar la disolución de las partes difícilmente solubles. Añadir después 2 gotas de una solución de naranja de metilo al 1 ‰ y valorar el exceso de ácido sulfúrico con sosa 0,1 N hasta que el indicador vire al color amarillo, siendo n ml el volumen de sosa empleado.

##### Cálculos

La alcalinidad de las cenizas es igual a:

5 (10-n) expresada en miliequivalentes por litro;

0,345 (10-n) expresada en gramos de carbonato de potasio por litro.

La alcalinidad por gramo de cenizas (cifra de alcalinidad) es igual al cociente entre la alcalinidad en carbonato de potasio y el peso de las cenizas.

### 7.4. ALCALINIDAD PARCIAL

#### MÉTODO ÚNICO

##### Soluciones

a) Indicador compuesto: se disuelven 0,04 g de naranja de metilo en 20 ml de agua destilada. Se disuelven 0,2 g de verde de bromocresol y 0,04 g de rojo de metilo en 80 ml de etanol. Se mezclan las dos soluciones. El viraje a color gris se produce para un pH de 4,5;

b) Solución de cloruro de cerio se disuelven 10 g de  $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  muy puro en la cantidad de agua destilada necesaria para obtener 12,5 ml de solución, medidos en una probeta graduada.

**Forma de operar**

Se disuelven las cenizas de 20 ml de vino en 10 ml de ácido sulfúrico 0,1 N. Se lleva a ebullición para que se desprenda el  $\text{CO}_2$ . Se deja enfriar y después se añaden 2 gotas del indicador com puesto, 2 gotas (4 en caso de vinos ricos en fosfatos) de cloruro de cerio y se valora con sosa 0,1 N hasta que el indicador vire al gris. Con objeto de ver si se ha añadido suficiente cloruro de cerio, se añade 1 gota más de esta solución y si el indicador vira al rojo anaranjado se añade aún un poco de sosa 0,1 N hasta obtener el viraje al gris.

**Cálculos**

Como se indicó anteriormente.

## 8. ACIDEZ TOTAL

### 8.1. DEFINICIÓN

La acidez total es la suma de las acideces valorables cuando se lleva el vino a pH 7 por adición de una solución alcalina valorada. El ácido carbónico y el anhídrido sulfuroso libre y combinado no están incluidos en la acidez total.

Se elimina el gas carbónico del vino mediante agitación en frío bajo vacío.

### 8.2. FUNDAMENTO DE LOS MÉTODOS

Método de referencia: Valoración potenciométrica.

Método usual: Valoración con azul de bromotimol como indicador del final de reacción.

#### Expresión de los resultados

La acidez total se expresa en miliequivalentes por litro, determinándose con una aproximación de 2 unidades, o en gramos por litro expresada en ácido tártrico.

### 8.3. MÉTODO DE REFERENCIA

#### Forma de operar

#### a) Eliminación previa del gas carbónico y del anhídrido sulfuroso.

Es conveniente eliminar en el vino el gas carbónico disuelto y el anhídrido sulfuroso contenido en el mismo. Para ello, verter 100 ml de vino en un matraz de 500 ml provisto de un refrigerante de reflujo. Después de sustituir la atmósfera del matraz con nitrógeno, hervir el vino durante 1 hora, haciendo circular lentamente una corriente de nitrógeno. Apagar la fuente de calor y dejar el aparato hasta que se enfríe el vino, sin interrumpir la entrada de nitrógeno.

#### b) Valoración

En un vaso, verter 20 ml de vino y añadir sosa 0,1 N hasta que el pH medido, a 20 °C, con un electrodo de vidrio sea igual a 7. La adición de sosa debe llevarse a cabo paulatinamente y la solución debe agitarse constantemente. Duración de la operación: 5 minutos, como mínimo.

#### Expresión de los resultados

Expresar el resultado en miliequivalentes por litro o en gramos por litro, expresado en ácido tártrico.

### 8.4. MÉTODO USUAL

Es conveniente eliminar el gas carbónico del vino, agitando 50 ml en un matraz de 1 l, haciendo el vacío, al mismo tiempo, con una trompa de agua. La agitación debe durar de 1 a 2 minutos, hasta que deje de desprenderse el gas disuelto. De este vino, se tomarán 10 ml de vino para determinar la acidez total y 20 ml para determinar la acidez volátil.

#### Observación

Como la acidez total del vino se mide a pH 7, utilizando azul de bromotimol, un ensayo previo permite establecer un patrón de coloración ajustado a pH 7.

La acidez del anhídrido sulfuroso libre y combinado se deduce mediante la fórmula establecida, empleando los volúmenes  $n'$  y  $n''$  de yodo 0,01 N gastados para la oxidación del anhídrido sulfuroso libre y combinado hallado en el destilado de la acidez volátil a partir de 20 ml de vino (ver técnica de determinación de la acidez volátil).

#### Soluciones

#### a) Sosa 0,05 N sin CO<sub>2</sub>;

#### b) indicador o azul de bromotimol:

azul de bromotimol:	4 g,
alcohol neutro:	200 ml,

disolver y añadir:	
agua sin CO <sub>2</sub> :	200 ml,
sosa N csp coloración azul-verde (pH 7):	7,5 ml aproximadamente,
agua csp:	1 000 ml;
c) Solución tampón de pH 7:	
fosfato monopotásico:	107,3 g,
sosa cáustica N:	500 ml,
agua csp:	1 000 ml.

#### Forma de operar

1. Ensayo previo: Obtención del patrón de coloración. En una cápsula de 12 cm de diámetro, echar 25 ml de agua destilada y hervida, 1 ml de azul de bromotimol, de 4 g/l, y añadir 5 ml de vino exento de carbónico. Neutralizar con sosa 0,05 N añadida en cantidad suficiente para obtener el viraje del verde-azulado. Añadir entonces 5 ml de la solución tampón de pH 7.
2. Determinación propiamente dicha: En un cristizador de 12 cm de diámetro, poner 30 ml de agua destilada y hervida, 1 ml de azul de bromotimol de 4 g/l, 5 ml de vino exento de carbónico, y añadir sosa 0,05 N para lograr una coloración idéntica a la obtenida en el ensayo precedente, colocándose en las mismas condiciones de observación.  
Sea  $n$  el volumen utilizado.

#### Cálculos

La acidez total se expresa en miliequivalentes por litro:

$$10 n - 0,35 n' - 0,25 n''$$

o en gramos de ácido tártrico por litro:

$$0,75 (n - 0,35 n' - 0,025 n'').$$

#### Notas

1. En caso de vinos blancos, rosados o tintos poco coloreados, puede duplicarse la cantidad de vino. Se utiliza, pues, 10 ml de vino y sosa 0,1 N, siendo las fórmulas de cálculo las mismas.
2. Cuando se tenga que hacer la determinación de varios vinos del mismo origen, sólo es necesario un único patrón de coloración para todas las determinaciones. En caso de duda, es siempre fácil comprobar después de la determinación que el viraje no varía al añadir algunos mililitros de la solución tampón de pH 7.

## 9. ACIDEZ VOLÁTIL

### 9.1. DEFINICIÓN

La *acidez volátil* está constituida por la parte de los ácidos grasos pertenecientes a la serie acética que se encuentran en los vinos, bien en estado libre, bien en estado salificado.

### 9.2. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

Método único: La separación de los ácidos volátiles se efectúa por arrastre con vapor de agua y rectificación de los vapores. Antes del arrastre, se acidifica el vino con ácido tártrico (aproximadamente 0,5 g para 20 ml). Deben tomarse cuantas precauciones sean necesarias para evitar la presencia del gas carbónico en el destilado. El indicador empleado es la fenolftaleína. La acidez del anhídrido sulfuroso libre y combinado destilado no está incluida en la acidez volátil y debe restarse — de la acidez del destilado así como de la acidez del ácido sórbico eventualmente presente.

### 9.3. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

La acidez volátil se expresa en miliequivalentes por litro, y se determina con una aproximación de 0,5 unidades.

### 9.4. MÉTODO ÚNICO

#### Fundamento del aparato y de su control

El aparato se compone de un generador de vapor de agua, de un barboteador en el que se pone el vino, de una columna rectificadora y de un refrigerante.

Dado el gran número de aparatos que se han propuesto o que pueden imaginarse y ante las dificultades que plantearía la adopción obligatoria de un mismo aparato para los analistas de todos los países, parece preferible y racional establecer de la manera siguiente las condiciones mínimas que debe reunir todo aparato o técnica que permita determinar con exactitud la acidez volátil tal como se ha definido:

1. El vapor de agua producido por el generador debe quedar suficientemente exento de CO<sub>2</sub> como para que 250 ml de destilado a los que se añadan 0,1 ml de sosa 0,1 N y 2 gotas de fenolftaleína al 1 % presenten una coloración estable durante, al menos, 10 segundos;
2. En las condiciones normales de empleo, el 99,5 % del ácido acético en solución acuosa colocado en el barboteador en lugar del vino debe encontrarse de nuevo en el destilado;
3. Si se coloca una solución normal de ácido láctico puro en lugar del vino en el barboteador, el 5 %, como máximo, de este ácido debe encontrarse en el destilado obtenido en condiciones que permitan la destilación del 99,5 % de la acidez acética.

Todo aparato o técnica que satisfaga estos tres ensayos sucesivos constituye un aparato o una técnica oficial internacional.

Los dos aparatos que se describen a continuación reúnen las condiciones exigidas: el primero conviene a los laboratorios de poca actividad, el segundo está destinado a los laboratorios en los que deben efectuarse un gran número de medidas de acidez volátil, todos los días y en los menores plazos:

#### 1. Pequeño aparato

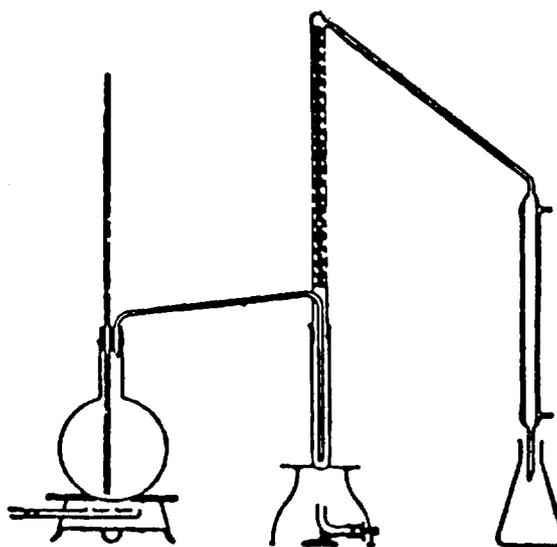
El vapor se produce en un matraz de 1 500 ml. El barboteador está formado por un tubo cilíndrico de 3 cm de diámetro y 27 cm de altura. Este tubo puede calentarse por un sistema eléctrico, o bien con una llama, apartando los gases quemados mediante un disco de chapa de 15 cm de diámetro que tiene un orificio de 29 mm de diámetro en el que está colocado el fondo del tubo barboteador. Este dispositivo evita la pirogenación de las materias extractivas del vino. Este calor auxiliar debe regularse de forma que el volumen de vino no disminuya ni aumente más de 5 ml durante el proceso de arrastre. El tubo por el que entra el vapor debe terminar 1 cm por encima del fondo del barboteador.

El vapor cargado de ácidos volátiles pasa después de una columna rectificadora formada por un tubo cilíndrico de 20 mm de diámetro y 50 cm de altura que contiene en su interior una hélice de tela de acero inoxidable con pliegues n° 100 de 15 mm de paso.

El vapor es condensado por un refrigerante de West de 40 cm de longitud activa, colocado verticalmente.

**Forma de operar**

Alimentar el generador de vapor con agua de cal o con agua de barita limpia. En el barboteador poner 20 ml de vin del que previamente se habrá eliminado el gas carbónico agitando en vacío y a temperatura ambiente. Añadir al vino aproximadamente 0,5 g de ácido tártrico. Recoger 250 ml de destilado durante doce a quince minutos.



Pequeño aparato para la destilación de la acidez volátil

**Valoración**

Valorar la acidez con sosa 0,1 N en presencia de 2 gotas de fenoltaleína al 1 % en alcohol neutro, siendo  $n$  ml el volumen de lejía alcalina empleada. Inmediatamente después de la valoración acidimétrica, volver a pasar a medio ácido añadiendo una gota de ácido clorhídrico puro, echar 2 ml de engrudo de almidón, un cristal de yoduro de potasio y valorar el anhídrido sulfuroso libre con una solución de yodo 0,01 N, siendo  $n'$  ml el volumen empleado. Añadir entonces 20 ml de una solución saturada de bórax (la solución se vuelve rosa pálido), y después la solución de yodo 0,01 N hasta recoloración del engrudo de almidón. Sea  $n''$  ml el volumen de yodo empleado durante esta segunda valoración que ha permitido determinar el anhídrido sulfuroso combinado con el acetaldehído.

La acidez volátil expresada en miliequivalentes por litro es igual a:

$$5 (n - 0,1 n' - 0,05 n'')$$

**Nota I**

En caso de muestras estabilizadas con ácido salicílico, el ácido salicílico arrastrado, medido por colorimetría a pH igual a  $3 \pm 0,5$  debe deducirse de esta cifra.

**Nota II**

En caso de vinos a los que se haya añadido ácido sórbico, es conveniente determinar este ácido sobre una pequeña cantidad de destilado tomado antes de la valoración, dado que se destila dicho ácido casi íntegramente al mismo tiempo que el ácido acético. Medir con la probeta el volumen de dicho destilado (de 250 a 300 ml).

Tomar 0,5 ml de destilado y llevarlo a una cubeta de sílice de 1 cm de espesor, empleada para medidas espectrofotométricas; añadir 1,5 ml de la solución A cuya composición es la siguiente (1):

A	{	NaHCO <sub>3</sub>	0,5 g
		CuSO <sub>4</sub> , 5 H <sub>2</sub> O	0,001 g
		Agua csp	1 000 ml

(1) Esta solución está destinada a favorecer la oxidación del SO<sub>2</sub> destilado por el oxígeno del aire, dando este SO<sub>2</sub> una absorción importante a 256 nm.

Dejar la cubeta en contacto con el aire durante algunos minutos, después medir la densidad óptica a 256 nm, tomando como líquido de referencia agua destilada, habiéndose calibrado el aparato con una solución de ácido sórbico de 20 mg/1 (\*) de los que se ponen 0,5 ml en la cubeta de 1 cm junto con 1,5 ml de solución A.

Este método es válido para cantidades de ácido sórbico comprendidas entre 10 y 300 mg por litro. El error que se comete en esta medida es del 1 % aproximadamente.

Un gramo de ácido sórbico corresponde a 8,92 ml N y a 0,438 g de ácido sulfúrico. Para los vinos a los que se hayan añadido 200 mg de ácido sórbico por litro, la corrección que debe efectuarse es restar a la acidez volátil 1,7 miliequivalentes por litro de vino.

## 2. *Aparato que permite la destilación rápida*

El generador de vapor está formado por una caldera de cobre de 20 l de capacidad alimentada de forma continua con agua de cal diluida y clara. Su calentamiento es lo bastante fuerte para que el caudal de vapor sea de 1 kg de vapor cada 12 minutos bajo una presión de 50 cm de agua, como máximo.

El barboteador y la columna rectificadora que lo coronan están formadas, el primero, por un tubo en U, siendo una de las ramas el tubo de llegada de vapor de 10 mm de diámetro interior como mínimo unido al conducto de vapor de la caldera. La segunda rama se compone de una parte cilíndrica de 26 mm de diámetro y de 100 mm de altura, en cuya base el vapor desemboca en una placa con aletas. Este cilindro tiene soldadas dos bolas superpuestas, una de 500 y otra de 1 000 ml. Se introduce el vino por un tubo lateral provisto de un tapón. En la parte más baja del tubo en U hay una abertura por la cual las vinazas pasan al colector al final de la operación. Durante el funcionamiento, esta abertura está obturada por una palanca que presiona un tapón de caucho. La parte cilíndrica se calienta eléctricamente mediante una cinta de acero al níquel-cromo en la que son necesarios 350 W — 24 V para evaporar el agua a medidas que la misma se condensa en la columna rectificadora.

La columna rectificadora es una columna con una hélice de tela metálica ondulada en acero inoxidable nº 100, de 80 cm de altura y 20 mm de diámetro interior.

El refrigerante está formado por un tubo de acero inoxidable enfriado por un manguito de agua corriente de poco espesor.

Este aparato puede llevar diferentes dispositivos de mando simultáneo y de engranajes que permiten evitar falsas maniobras y transforman su funcionamiento en semiautomático, si se considera oportuno. Con este aparato pueden obtenerse 250 ml de destilado en 4 minutos.

La determinación se efectúa tal como se indicó anteriormente.

(\*) Solución preparada poniendo 20 mg de ácido sórbico en un matraz de 1 l con 900 ml de agua caliente, agitando, dejando enfriar y llenando hasta el litro. Pueden también disolverse 26,8 mg de sorbato de potasio en agua fría.

## 10. ACIDEZ FIJA

La acidez fija se determina por diferencia entre la acidez total y la acidez volátil.

## 11. ÁCIDO TÁRTRICO

### 11.1. FUNDAMENTO DE LOS MÉTODOS

#### a) Método de referencia

El ácido tártrico, precipitado en forma de racemato de calcio, se determina gravimétricamente. Esta determinación puede completarse con una determinación volumétrica de comparación. Las condiciones de precipitación: pH, volumen total empleado, concentración de los iones que precipitan, son tales que el racemato cálcico precipita totalmente mientras que el tartrato de calcio levógiro queda en solución.

Cuando se haya añadido al vino ácido metatártrico, éste debe ser hidrolizado previamente.

#### b) Primer método usual

El ácido tártrico, aislado mediante una columna cambiadora de aniones, se determina por colorimetría en el eluido por la coloración roja que da con el ácido vanádico. Este eluido contiene asimismo los ácidos láctico y málico que no interfieren.

#### Expresión de los resultados

La cantidad de ácido tártrico se expresará en miliequivalentes por litro y en gramos de ácido tártrico por litro. Precisión de la medida: 0,5 miliequivalentes por litro.

### 11.2. MÉTODO DE REFERENCIA

#### Reactivos

— Solución de acetato cálcico que contenga 10 g/l de calcio:

carbonato de calcio puro:	25 g,
ácido acético cristalizable:	40 ml,
agua, csp:	1 l.

— Racemato de calcio cristalizado:

En un vaso cilíndrico de 400 ml, introducir 20 ml de una solución de ácido tártrico dextrógiro de 5 g/l, 20 ml de una solución de tartrato amónico levógiro de 6,126 g/l y 6 ml de la solución de acetato cálcico de 10 g de calcio por litro.

Dejar que precipite durante 2 horas. Recoger el precipitado en un filtro de vidrio de porosidad nº 4, lavarlo 3 veces con, aproximadamente, 30 ml de agua destilada. Secar en estufa a 70 °C hasta lograr un peso constante. Con las cantidades de reactivos empleados, se obtienen aproximadamente 340 mg de racemato de calcio cristalizado. Conservar en un frasco tapado.

— Licor de precipitación (pH: 4,75):

tartrato amónico levógiro:	150 mg,
solución de acetato de calcio de 10 g de calcio por litro:	8,8 ml,
agua, csp:	1 l.

Disolver el tartrato amónico levógiro en 900 ml de agua; añadir 8,8 ml de solución de acetato cálcico y llevar hasta el litro. Al ser el racemato cálcico ligeramente soluble en este licor, es conveniente añadir 5 mg de racemato de calcio por litro, agitar durante 12 h y filtrar.

#### Forma de operar

En un vaso cilíndrico de 600 ml, echar 500 ml de licor de precipitación y 10 ml de vino. Mezclar frotando las paredes del vaso con la extremidad de una varilla de vidrio. Dejar precipitar durante 12 horas (una noche).

Filtrar en el crisol filtrante de porosidad nº 4, tarado y colocado sobre un matraz de vacío adecuado, arrastrando el precipitado. Lavar el vaso donde se ha realizado la precipitación con el filtrado y arrastrar las últimas partículas de precipitado.

Secar en estufa a 70 °C hasta lograr un peso constante. Pesar: sea p el peso del racemato de calcio,  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , cristalizado con 4 moléculas de agua.

#### Caso de vinos a los que se ha añadido ácido metatátrico

Cuando se trate de un vino al que se haya añadido ácido metatátrico o que se suponga esta adición, se procede a la hidrólisis de este ácido en las condiciones siguientes.

En un erlenmeyer de 50 ml, echar 10 ml de vino y 0,4 ml de ácido acético puro. Cerrar el erlenmeyer con un tapón provisto de un escape y llevar a ebullición durante 30 minutos. Una vez frío, pasar el líquido del erlenmeyer a un vaso cilíndrico; enjuagar el erlenmeyer 2 veces con 5 ml de agua y continuar como se indica en la forma de operar anterior.

El ácido metatátrico se expresa como ácido tártrico en la determinación.

#### Cálculo y expresión de los resultados

Una molécula de racemato cálcico corresponde a una semimolécula de ácido tártrico dextrógiro del vino.

La cantidad de ácido tártrico por litro de vino es igual a:

- 384,5 p, expresada en miliequivalentes,
- 28,84 p, expresada en gramos de ácido tártrico,
- 36,15 p, expresada en gramos de tartrato ácido de potasio.

### DETERMINACIÓN VOLUMÉTRICA DE COMPARACIÓN

#### Reactivos

- ácido clorhídrico diluido (1 : 5 v/v) (aproximadamente 82 g/l);
- solución de EDTA, 0,05 M EDTA (sal disódica bihidratada del ácido etilendiaminotetracético o complexona III): 18,61 g, agua destilada csp: 1 l,
- solución de hidróxido sódico al 40 % (p/v):  
hidróxido sódico puro: 40 g,  
agua destilada csp: 100 ml,
- Indicador del ácido calcon-carbónico:  
ácido calcon-carbónico o ácido 2-hidroxi-4-sulfo-1-naftilado-3-naftóico: 1 g, sulfato sódico anhidro: 100 g.

#### Forma de operar

Después de pesarlo, se disuelve el precipitado de racemato de calcio contenido en el crisol filtrante en 10 ml de ácido clorhídrico diluido.

Lavar el crisol filtrante con 50 ml de agua destilada.

Añadir 5 ml de hidróxido sódico al 40 % y 30 mg del indicador. Valorar con EDTA 0,05 M. Sea n el número de mililitros empleados.

#### Cálculo y expresión de resultados

La cantidad de ácido tártrico por litro de vino es igual a:

- 5 n, expresada en miliequivalentes,
- 0,375 n, expresada en gramos de ácido tártrico.
- 0,470 n, expresada en gramos de tartrato ácido de potasio.

## 11.3. MÉTODO USUAL

**Soluciones**

## 1. Para el tratamiento preliminar del vino:

- Resina intercambiadora de aniones de fuerte basicidad III de Merck. La resina debe encontrarse en forma de acetato. Para ello, conservarla como mínimo un día recubierta de ácido acético al 30 %. Sin embargo, es preferible constituir una mayor reserva que se mantendrá recubierta de ácido acético al 30 % (echar 200 ml de ácido acético al 30 % sobre 100 g, aproximadamente, de resina intercambiadora),
- ácido acético al 30 %. Echar 300 ml de ácido acético glacial en un frasco; llenar hasta un litro con agua,
- ácido acético al 5 %. Echar 5 ml de ácido acético glacial en un frasco y completar a un litro con agua,
- solución de sulfato de sodio al 7,1 % (0,5 M). La elución exige una reserva importante de este reactivo: disolver en agua 355 g de sulfato sódico anhidro ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) y completar con agua hasta obtener el volumen total de 5 l;

## 2. Para la determinación del ácido tártrico:

- Reactivo vanádico.  
Disolver 10 g de metavanadato amónico en 150 ml de solución de hidróxido sódico N. Pasar esta solución a un matraz aforado de 500 ml, añadir 200 ml de una solución de acetato sódico al 27 %. Enrasar a 500 ml con agua destilada,
- solución valorada de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2N,
- solución valorada de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1 N,
- solución 0,05 M de ácido periódico (0,1 N).  
En un matraz aforado de 1 l, introducir 10,696 g de periodato sódico, 50 ml de ácido sulfúrico N y completar al litro con agua destilada,
- solución de glicerol al 10 %.  
Pesar 10 g de glicerol muy puro bidestilado y enrasar a 100 ml mezclando con agua destilada,
- solución de sulfato sódico al 7,1 % (0,5 M).  
Disolver 71 g de sulfato sódico anhidro en agua destilada. Enrasar a un litro,
- solución de ácido tártrico puro de 1 g/l:
 

ácido tártrico puro para análisis:	0,500 g,
solución de hidróxido sódico N:	6,66 ml,
solución de sulfato sódico al 7,1 % csp:	500 ml.

**FORMA DE OPERAR****Preparación de la columna de cambiadores de iones**

Se emplea un tubo de vidrio de 10-11 mm de diámetro interior y aproximadamente 300 mm de longitud provisto en su extremo de una llave de salida consistente en un tapón perforado de caucho. El tubo de vidrio — de la llave no debe sobresalir de la superficie interior del tapón para evitar cualquier espacio muerto.

Cubrir el tapón de caucho con un tapón de lana de vidrio de 2-3 mm de espesor aproximadamente, llenar el tubo con agua y dejarla fluir hasta que el nivel de agua esté, aproximadamente, 5 mm por encima de la lana de vidrio. Llenar el tubo con 10 ml, aproximadamente, de suspensión de resina intercambiadora de iones en forma de acetato, evitando que queden burbujas de aire. Para ello, poner en suspensión después de agitar la resina intercambiadora conservada dentro de ácido acético al 30 % y verterla rápidamente en el tubo con un embudo. Dejar que la resina intercambiadora de iones se deposite. Introducir un tapón de lana de vidrio a través del líquido con ayuda de una varilla de vidrio hasta que llegue a la superficie de la resina intercambiadora — depositada. Se evita de este modo que, durante los lavados posteriores, la resina intercambiadora depositada vuelva a formar una suspensión.

**La resina intercambiadora sólo puede utilizarse una vez**

Para la determinación siguiente, la eliminación de la resina intercambiadora ya usada se efectúa de forma sencilla conectando la llave de salida a una toma de agua. La presión del agua de la conducción expulsará todo el contenido salvo el tapón de lana de vidrio del fondo que permanece normalmente en su sitio.

**Aislamiento del ácido tártrico mediante sinas intercambiadoras de iones**

Estando totalmente abierta la llave de salida, dejar que salga el ácido acético al 30 % hasta que el tapón de lana de vidrio quede sumergido en el líquido 2 o 3 mm solamente. Añadir entonces aproximadamente 10 ml de ácido acético al 0,5 % y marcar con un lápiz grueso el nivel del líquido. Estando la llave totalmente abierta, dejar que salga de nuevo el líquido hasta unos 2-3 mm por encima del tapón superior de lana de vidrio. Repetir 4 veces más esta operación de lavado empleando cada vez unos 10 ml de ácido acético al 0,5 %, llenando cada vez la columna hasta la marca de referencia realizada con el lápiz grueso. Después del último lavado, estando la llave cerrada, se vierte sobre la resina intercambiadora aproximadamente 10 ml de vino o de mosto. (No debe tomarse en consideración el contenido en azúcar, alcohol, materias colorantes o taninos.)

Dejar salir el vino gota a gota, a razón de 1 a 1,5 gotas por segundo (lo que equivale a una salida de 25 a 30 ml cada 10 minutos) interrumpiendo la salida cuando el líquido llegue justo — por encima del tapón superior de lana de vidrio. Volver a llenar el tubo con ácido acético al 0,5 % hasta la marca de referencia. Dejar salir al mismo ritmo que anteriormente y lavar después de la misma forma siete veces más con 10 ml de agua cada vez. Se recomienda efectuar los lavados con agua mediante un frasco lavador, dirigiendo el chorro hacia las paredes del tubo hasta llegar a la marca de referencia.

En el último lavado, cerrar la llave tan pronto como el nivel del líquido se encuentre un poco por encima del tapón superior de lanada de vidrio.

Utilizar después como matraz receptor un matraz aforado de 100 ml. Eluir los ácidos fijados sobre la resina intercambiadora con la solución de sulfato sódico 0,5 M hasta enrasar. Para ello, podrá utilizarse el dispositivo práctico siguiente. Se conecta un matraz tubular lleno de la solución 0,5 M de sulfato sódico por su tubulura inferior a la columna intercambiadora mediante una goma (provista de una pinza con tornillo regulable, un tubo afilado y un tapón de caucho). Conectados así los dos aparatos, abrir la pinza con tornillo, levantar un poco el tapón de caucho para permitir la entrada de la solución de sulfato sódico en la columna que contiene la resina intercambiadora hasta una altura de aproximadamente 10 cm, quedando entonces definitivamente y herméticamente establecida la conexión entre los aparatos. Abriéndola llave, la solución de sulfato sódico sale por la parte inferior a la misma velocidad que entra por la parte superior. Se regula la salida a un ritmo de 2 a 3 gotas por segundo, abandonando el sistema hasta que el matraz receptor esté lleno hasta la marca de referencia.

#### **Determinación del ácido tártrico**

Introducir 20 ml de eluido en dos erlenmeyer a y b, de 100 ml.

El erlenmeyer a se usa para hacer la medida, el erlenmeyer b, en el que el ácido tártrico es destruido por el ácido periódico, constituye el testigo.

Introducir en el erlenmeyer a 2 ml de  $H_2SO_4, 2N$ , 5 ml de  $H_2SO_4, 0,1 N$  y 1 ml de glicerol al 10 %.

En el erlenmeyer b, echar 2 ml de  $H_2SO_4, 2N$ , 5 ml de ácido periódico 0,05 M; esperar 15 minutos; añadir 1 ml de solución de glicerol al 10 % para destruir el exceso de ácido periódico. Esperar 2 minutos.

Echar entonces, agitando, primero en el erlenmeyer b, e inmediatamente después en el erlenmeyer a, 5 ml de reactivo vanádico. Poner en marcha inmediatamente un cronómetro e introducir el contenido de los erlenmeyer a y b en las cubetas de caras paralelas de 10 mm de espesor del espectrofotómetro. Después de 1 minuto y 30 segundos, se mide la absorbancia, a 490 nanómetros, del líquido procedente del erlenmeyer a (medida), después de haber ajustado el aparato de forma que el 100 % de la transmisión se lea con la cubeta que contiene el líquido testigo (erlenmeyer b).

#### **Obtención de la curva patrón**

Tomar 10, 20, 30, 40 y 50 ml de la solución de ácido tártrico de 1 g/l cuya preparación ha sido descrita en la página 00.

Introducirlos en matraces aforados de 100 ml y enrasar con la solución de sulfato sódico al 7,1 % hasta el aforo. Se obtiene así soluciones que corresponden a eluidos de vinos con un contenido de 1, 2, 3, 4 y 5 g/l de ácido tártrico.

En dos erlenmeyer a y b de 100 ml, tomar 20 ml de cada una de las soluciones valoradas de ácido tártrico y operar como se ha descrito anteriormente para el eluido de vino.

La representación gráfica de las absorbancias de estas soluciones en función del contenido en ácido tártrico es una recta que se curva ligeramente en el punto cero. En consecuencia, se recomienda definir más exhaustivamente esta zona curva, midiendo la absorbancia de soluciones que contengan 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 y 1 g/l de ácido tártrico.

## 12. ÁCIDO CÍTRICO

## MÉTODO ÚNICO

## 12.1. FUNDAMENTO

El ácido cítrico se precipita con ion bario en medio hidroalcohólico y alcalino. Después de decolorar la solución acuosa del precipitado de bario mediante carbón activo, se oxida con acetato de plomo IV; se forma, en presencia de ácido diazosulfanílico, un compuesto amarillo que se valora colorimétricamente a 420 nm.

## 12.2. REACTIVOS (\*)

- amoníaco concentrado:  $p_{20} = 0,910$ ,
- solución de cloruro bórico al 20 %, disolver 20 g de cloruro bórico al 20 %; disolver 20 g de cloruro bórico,  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  para análisis en agua destilada; llenar hasta 100 ml,
- solución de lavado: mezclar 140 ml de agua con 300 ml de alcohol del 96 % vol,
- solución de sulfato sódico al 7,1 %: disolver 71 g de sulfato sódico anhidro para análisis en agua y llevar al litro;
- carbón activo,
- solución de acetato sódico al 27 %: disolver 270 g de acetato sódico anhidro para análisis en agua y completar hasta el litro,
- solución de nitrito sódico al 2 %: disolver 2 g de nitrito sódico cristalizado para análisis en agua y completar hasta 100 ml (esta solución se conserva durante mucho tiempo si se guarda en frascos color topacio),
- solución de ácido sulfanílico: disolver 1,5 g de ácido sulfanílico en 50 ml de ácido acético glacial y completar hasta 250 ml de agua. Agitar con frecuencia después de la preparación y dejar reposar durante una noche. Conservada en frascos color topacio, esta solución tiene una conservación ilimitada,
- solución saturada de acetato de plomo IV: se tratan aproximadamente 50 g de acetato de plomo IV (tetracetato de plomo humedecido con ácido acético glacial) en un frasco color topacio con 250 ml aproximadamente de ácido acético glacial. Dejar que se deposite la parte no disuelta de tetracetato de plomo hasta que se obtenga un líquido límpido sobrenadante. La solución se conserva indefinidamente en un frasco color topacio. Cuando se haya utilizado el líquido claro sobrenadante, puede obtenerse una nueva solución saturada mediante la acción de ácido acético glacial,

solución de acetato de plomo IV al 1 %: tomar 5 ml de la solución saturada de acetato de plomo IV; introducirlos en un erlenmeyer de 250 ml y añadir de un solo golpe 50 ml de una solución de yoduro potásico al 10 %. Valorar inmediatamente con una solución 0,1 N de tiosulfato sódico en presencia de engrudo de almidón. Sea n el número de mililitros empleados.

Tomar un volumen de solución saturada de acetato de plomo IV igual a:

$$\frac{2,25 \times 1\,000}{n} \text{ ml}$$

y completar a un litro con el ácido acético glacial. En frascos color topacio, esta solución se conserva indefinidamente.

## 12.3. FORMA DE OPERAR

**Aislamiento del ácido cítrico**

Introducir en un tubo de centrifugación de 40 a 50 ml de capacidad 5 ml de vino o de mosto con 1 ml de amoníaco concentrado y 1 ml de cloruro bórico al 20 %. Mezclar con una varilla de vidrio. Después de 2 minutos aproximadamente, añadir 15 ml de alcohol del 96 % vol y mezclar de nuevo con la varilla de vidrio. Esperar 5 minutos y centrifugar durante 3 a 4 minutos. Tirar el líquido que sobrenada y lavar el precipitado de la forma siguiente: Tomar 2 ml de líquido de lavado con una pipeta de 2 ml, apoyar la punta de la pipeta en la parte superior de la pared interior del tubo, vaciar la pipeta soplando al mismo tiempo que se imprime al tubo una rotación sobre su eje. Poner entonces el precipitado en suspensión mediante una varilla de vidrio que tenga en uno de sus extremos un trozo de goma lisa. Lavar 2 veces el capuchón de goma con 2 ml de solución de lavado soplando enérgicamente la pipeta para que el chorro de

(\*) Los reactivos empleados deben ser muy puros: no debe aparecer ningún precipitado ni coloración cuando se proceda a continuar las operaciones descritas posteriormente, en ausencia de ácido cítrico.

la solución de lavado desprenda las partículas del precipitado adheridas a la goma. Centrifugar de nuevo; tirar el líquido limpio sobrenadante. Realizar un segundo lavado del precipitado.

Se cubre el precipitado aún húmedo de la solución alcohólica de lavado con, aproximadamente, 10 ml de solución de sulfato sódico al 7,1 %. Colocar el tubo de centrifugación en un baño maría hirviendo durante 10 minutos, disgregando al mismo tiempo el precipitado con ayuda de una varilla de vidrio de forma que no quede ningún grumo.

Se pasa cuantitativamente el contenido aún caliente del tubo a un matraz aforado de 50 ml ayudándose con la solución de sulfato sódico al 7,1 %. Dejar enfriar y enrasar con la solución de sulfato sódico, mezclar y verter el contenido del matraz en un erlenmeyer de 100 ml que contenga 0,2 g de carbón activo. Agitar. Dejar reposar durante 5 minutos y filtrar con un filtro e poro fino.

Se obtiene la solución que debe valorarse y que contiene el ácido cítrico del vino o del mosto diluido a  $\frac{1}{10}$ .

#### Valoración del ácido cítrico

Coger 2 erlenmeyer a y b de 50 ml, que contengan cada uno 10 ml de solución de acetato sódico al 27 %. Añadir en cada uno 2 ml de la solución que debe valorarse.

Preparar la solución de diazotación, añadiendo, y agitando al mismo tiempo, 5 ml de la solución de ácido sulfanílico a 1 ml de la solución de nitrito sódico.

Mientras se agita, verter en el erlenmeyer a 2 ml de solución de diazotación y 5 ml de ácido acético glacial, y en el erlenmeyer b 2 ml de solución de diazotación y 5 ml de acetato de plomo IV al 1 % y poner en marcha inmediatamente un cronómetro fijado exactamente en 13 minutos.

Transcurridos, aproximadamente, 5 minutos filtrar el contenido de los erlenmeyer a y b sobre los filtros de pliegues de filtración rápida. Poco antes de que finalicen los 13 minutos, verter los filtrados en 2 cubetas de superficies paralelas de 30 mm de espesor y colocarlas en el espectrofotómetro. Justo cuando se cumplan los 13 minutos, medir la absorbancia a 420 nm del líquido procedente del erlenmeyer b, el líquido procedente del erlenmeyer a sirve de ensayo en blanco.

Si la solución por valorar es demasiado rica en ácido cítrico y la absorbancia demasiado elevada, diluir esta solución con la solución de sulfato sódico al 7,1 %.

Remitirse a la curva patrón que indica el contenido del vino en gramos de ácido cítrico,  $C_6H_8O_7$ , por litro.

#### Obtención de la curva patrón

Disolver 273,4 mg de ácido cítrico monohidratado,  $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$  (= 250 mg  $C_6H_8O_7$ ), en una solución de sulfato sódico al 7,1 %; completar a 100 mg con esta solución. Tomar 10 ml de la solución obtenida y completar a 100 ml con la solución de sulfato sódico. Con esta solución preparar las soluciones diluidas siguientes, completando cada vez al volumen indicado con la solución de sulfato sódico al 7,1 %:

5 ml se llevan a 200 ml,  
5 ml se llevan a 100 ml,  
5 ml se llevan a 50 ml,  
10 ml se llevan a 50 ml,  
20 ml se llevan a 50 ml.

Estas diferentes soluciones corresponden a las soluciones por valorar procedentes de vinos con 0,0625 — 0,125 — 0,250 — 0,500 g de ácido cítrico  $C_6H_8O_7$  por litro.

Tomar 2 ml de cada una de estas diluciones e introducirlos en los erlenmeyer marcados a y b; continuar las operaciones como se indica anteriormente.

Midiendo 2 ml de la solución de sulfato sódico que se coloca en los erlenmeyer a y b, y operando de manera idéntica se obtiene el punto cero de la curva.

La representación gráfica de las absorbancias de estas soluciones en función del contenido en ácido cítrico no es lineal, presenta una ligera curvatura.

### 13. ANHÍDRIDO SULFUROSO

#### 13.1. DEFINICIONES

Se llama anhídrido sulfuroso libre al anhídrido sulfuroso en estado de  $\text{SO}_2$  o de combinaciones minerales  $\text{H}_2\text{SO}_3$ ,  $\text{HSO}_3^-$  y  $\text{SO}_3^-$ .

Se denomina anhídrido sulfuroso combinado a la diferencia entre el anhídrido sulfuroso total y el anhídrido sulfuroso libre.

#### 13.2. FUNDAMENTO DE LOS MÉTODOS

##### a) Método de referencia

El anhídrido sulfuroso es arrastrado por una corriente de aire o de nitrógeno, es fijado y oxidado por barboteo en una solución diluida y neutra de agua oxigenada. El ácido sulfúrico formado se valora con una solución valorada de hidróxido sódico.

El arrastre en frío ( $10^\circ\text{C}$ ) garantiza la extracción y la determinación del único anhídrido sulfuroso libre.

En caliente ( $100^\circ\text{C}$  aproximadamente) se arrastra y determina el anhídrido sulfuroso total.

##### b) Método usual

aa) *Anhídrido sulfuroso libre*: Valoración iodométrica directa con valoración de corrección sobre el mismo vino cuyo anhídrido sulfuroso libre ha sido combinado por un exceso de etanal o de propanal;

bb) *Anhídrido sulfuroso combinado*: Valoración iodométrica después de doble hidrólisis alcalina sobre el vino cuyo anhídrido libre ha sido oxidado durante su valoración iodométrica.

#### Expresión de los resultados

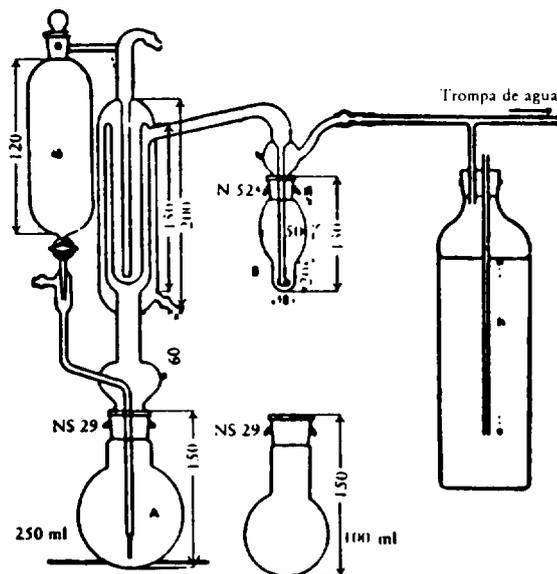
La cantidad de anhídrido sulfuroso se expresa en miligramos de anhídrido sulfuroso por litro y se determina con una aproximación de 10 mg por litro.

#### 13.3. MÉTODO DE REFERENCIA

##### ANHÍDRIDO SULFUROSO LIBRE Y COMBINADO

##### Aparato

El aparato utilizado debe ajustarse al esquema siguiente, principalmente en lo que respecta al refrigerante.



Las dimensiones se indican en milímetros

Los diámetros internos de los cuatro tubos concéntricos que constituyen el refrigerante son 45, 34, 27 y 10 mm

El tubo que conduce los gases al borboteador «B» termina en una pequeña esfera de 1 cm de diámetro que tiene en su gran círculo horizontal 20 agujeros de 0,2 mm de diámetro. Puede asimismo terminar en una placa de vidrio poroso que asegure la formación de innumerables pequeñas burbujas que favorecen el contacto entre la fase gaseosa y la líquida.

El flujo gaseoso que debe recorrer el aparato debe ser de 40 l/h, aproximadamente. El frasco colocado a la derecha del aparato servirá para limitar a 20—30 cm de agua la depresión producida por la trompa de agua. Para poder regular esta depresión de forma que el flujo sea correcto, es aconsejable colocar un medidor de flujo de tubo semicapilar entre el borboteador y el frasco.

#### Soluciones

- ácido fosfórico al 25 % (p/v),
- agua oxigenada de 0,3 vol,
- reactivo indicador:
  - rojo de metilo                    100 mg,
  - azul de metileno                50 mg,
  - alcohol de 50 % vol            100 ml,
- hidróxido sódico 0,01 N.

#### Forma de operar

Debe mantenerse el vino a 20 °C en un frasco lleno y tapado durante cuatro días antes de la determinación del anhídrido sulfuroso libre y combinado. Esta precaución no es necesaria si sólo se pretende determinar el anhídrido total.

#### Determinación del anhídrido sulfuroso libre

En el matraz «A» de 100 ml del aparato de arrastre, introducir 10 ml de vino y 5 ml de ácido fosfórico al 25 %. Acoplar el matraz al aparato. Cuando se necesite utilizar un mayor volumen de vino (20 o 50 ml) se usará un matraz «A» 250 ml en caso de vinos que contengan poco anhídrido sulfuroso.

El matraz «A» debe estar sumergido en un baño a 10 °C.

En el borboteador «B», echar de 2 a 3 ml de agua oxigenada de 0,3 vol, 2 gotas de reactivo indicador y neutralizar el agua oxigenada con el hidróxido sódico 0,01 N.

Acoplar el borboteador al aparato.

Hacer después borbotear el aire (o nitrógeno) durante 12 a 15 minutos. El anhídrido sulfuroso libre arrastrado es oxigenado a ácido sulfúrico. Retirar el borboteador del aparato y valorar el ácido formado con la solución de hidróxido sódico 0,01 N.

Sea n el número de mililitros empleados.

#### Determinación del anhídrido sulfuroso combinado

Una vez realizada la determinación del anhídrido sulfuroso libre, echar de nuevo en el borboteador «B» de 2 a 3 ml de agua oxigenada, neutralizarla como anteriormente; poner a hervir el vino contenido en el matraz «A» mediante una pequeña llama de 4 a 5 cm de altura que debe llegar directamente al fondo del matraz. No colocar una tela metálica bajo el matraz, poner un disco que tenga una abertura cilíndrica de 30 mm de diámetro. Se evita así la pirogenación de las materias extractivas del vino sobre las paredes del matraz.

Mantener la ebullición mientras pasa la corriente de aire (o de nitrógeno). En 12 a 15 minutos, el anhídrido sulfuroso combinado ha sido arrastrado y oxigenado. Determinar el ácido sulfúrico formado con la solución 0,01 N de hidróxido sódico.

Sea n' el número de mililitros empleados.

#### Determinación del anhídrido sulfuroso total

El anhídrido sulfuroso total se obtiene sumando el anhídrido sulfuroso libre y el anhídrido sulfuroso combinado.

Puede también determinarse el anhídrido sulfuroso total directamente, llevando a ebullición de golpe una muestra de 10 ml de vino, durante el paso de la corriente de aire.

El anhídrido sulfuroso libre y el anhídrido sulfuroso combinado son arrastrados al mismo tiempo y el ácido sulfúrico formado corresponde al anhídrido sulfuroso total.

Se n'' el número de mililitros de solución 0,01 N de hidróxido sódico empleados.

**Cálculo**

Anhídrido sulfuroso libre en miligramos por litro:  $32 n$ .

Anhídrido sulfuroso combinado en miligramos por litro:  $32 n'$ .

Anhídrido sulfuroso total en miligramos por litro:  $32 (n + n')$  o  $32 n''$ .

**Nota:**

Si el vino contiene más de 2 g/l de ácido acético (caso del vinagre en particular), se determinará el ácido acético arrastrado, en su caso, por el gas en el barboteador. Dicho arrastre es considerable si la corriente de gas es demasiado rápida. Una vez determinado el ácido contenido en el barboteador, se añade al mismo un cristal de ácido tártrico y se somete a una corriente de vapor de agua en el parato utilizado para la destilación de la acidez volátil. La acidez volátil así medida se resta de la determinación del anhídrido sulfuroso.

**13.4. MÉTODO USUAL****ANHÍDRIDO SULFUROSO LIBRE Y COMBINADO****ANHÍDRIDO SULFUROSO TOTAL****Soluciones**

- a) Hidróxido sódico 4 N (160 g/l);
- b) Ácido sulfúrico a 1/10 en volumen (180 g/l);
- c) Engrudo de almidón de 2,5 g/l. En un mortero triturar 2,5 g de almidón soluble y 10 mg de yoduro mercúrico, con la cantidad de agua necesaria para obtener una papilla fluida. Añadir esta papilla a 1 litro de agua en ebullición que se mantiene otros 10 minutos. El líquido obtenido es límpido. Si fuere necesario, filtrar;
- d) iodo 0,05 N;
- e) Tiosulfato sódico 0,01 N.

**Forma de operar**

En un erlenmeyer de 500 ml, echar:

- 50 ml de vino,
- 3 ml de  $H_2SO_4$  a 1/10,
- 5 ml de engrudo de almidón,
- 30 mg de EDTA.

Valorar con el iodo 0,05 N hasta que la coloración azul, al principio fugaz, persista claramente durante 10 a 15 segundos (\*). Sea  $n$  mililitros el volumen de iodo utilizado.

Añadir 8 ml de solución 4 N de hidróxido sódico, agitar una sola vez y dejar en contacto 5 minutos. Verter de una sola vez y agitando enérgicamente el contenido de un vasito que contenga 10 ml de ácido sulfúrico a 1/10 puestos anteriormente. Valorar inmediatamente con el iodo 0,05 N, sea  $n'$  el volumen de iodo empleado (\*).

Añadir 20 ml de sosa 4 N y dejar en reposo 5 minutos después de haber agitado una vez. Diluir con 200 ml de agua tan fría como sea posible.

Mientras se agita enérgicamente, verter de una sola vez el contenido de un vaso que contenga 30 ml de ácido sulfúrico a 1/10. Valorar con el iodo 0,05 N el anhídrido sulfuroso liberado, sea  $n''$  el volumen de iodo empleado (\*).

Dado que determinadas sustancias se oxidan con iodo en medio ácido, es necesario — para determinaciones más precisas — estimar la cantidad de iodo así empleada. Para ello, es preciso combinar al anhídrido sulfuroso libre con un exceso de etanal o de propanal, antes de tratar el vino con el iodo. Colocar 50 ml de vino en un erlenmeyer de 300 ml, añadir 5 ml de solución de etanal de 7 g/l o 5 ml de una solución de propanal de 10 g/l.

(\*) Si se ha sobrepasado el viraje exacto del engrudo de almidón, volver al punto exacto de decoloración, añadiendo tiosulfato 0,01 N.

Tapar y dejar en reposo durante 30 minutos, como mínimo. Añadir 3 ml de ácido sulfúrico a 1/10 y iodo 0,05 N en cantidad suficiente para que vire el engrudo de almidón. Sea  $n''$  el volumen de iodo empleado (<sup>1</sup>).

#### Cálculo

$n - n''$  corresponde al  $\text{SO}_2$  libre.

El vino contiene  $32 (n - n'')$  mg de  $\text{SO}_2$  libre por litro.

$n' + n''$  corresponde al  $\text{SO}_2$  combinado.

El vino contiene:  $32 (n' + n'')$  mg de  $\text{SO}_2$  combinado por litro.

$n + n' + n'' - n''$  corresponde al  $\text{SO}_2$  total.

El vino contiene:  $32 (n + n' + n'' - n'')$  mg de  $\text{SO}_2$  total por litro.

#### Notas:

1. Para los vinos tintos pobres en  $\text{SO}_2$ , es conveniente emplear iodo más diluido que 0,05 N, por ejemplo 0,02 N. Sustituir el coeficiente 32 por 12,8 en las fórmulas anteriores.
2. Para los vinos tintos, es ventajoso iluminar el vino por debajo con una luz amarilla obtenida con una lámpara eléctrica ordinaria en la que se interpone una solución de cromato potásico o utilizando una lámpara de vapor de sodio. Hay que colocarse en una cámara oscura y observar la transparencia del vino, que se vuelve opaco en cuanto se alcanza el viraje del engrudo.
3. Cuando la cantidad de anhídrido sulfuroso encontrada se acerque o supere el límite legal, conviene determinar el anhídrido sulfuroso total por el método de referencia y completar dicha determinación con la determinación de los iones sulfúricos.
4. Cuando se tenga un especial interés en la determinación del anhídrido sulfuroso libre, se determinará de forma convencional sobre una muestra protegida, durante cuatro días, del aire y a la temperatura de 20 °C antes del análisis; este se efectuará también a esta temperatura.

(<sup>1</sup>)  $n''$  es generalmente muy pequeño: de 0,2 a 0,3 ml 0,05 N. Si se ha añadido ácido ascórbico al vino,  $n''$  es mucho mayor y se puede, por lo menos de forma aproximada, medir la cantidad de dicho producto por el valor  $n''$ , sabiendo que 1 ml de iodo 0,05 N oxida 4,4 mg de ácido ascórbico. Con la medida de  $n''$ , pueden también detectarse, sin dificultad, los vinos a los que se haya añadido ácido ascórbico en cantidad superior a 20 mg/l y que no se haya transformado en productos de oxidación.

## 14. pH DEL VINO Y DEL MOSTO

## 14.1. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

Se mide la diferencia de potencial entre dos electrodos sumergidos en el líquido objeto del estudio. Uno de los dos electrodos tiene un potencial que es una función definida del pH del líquido, el otro tiene un potencial fijo y conocido y constituye el electrodo de referencia.

Debe determinarse el pH con una precisión de  $\pm 0,05$  unidades de pH.

## 14.2. MÉTODO ÚNICO

**Aparatos y reactivos**

— *pH metro con escala graduada en unidades de pH y electrodos*: Los electrodos de vidrio deben conservarse en agua destilada. Los electrodos de calomelanos de cloruro potásico saturado — se conservan en una solución saturada de cloruro potásico,

— *Solución 0,1 M de ftalato ácido de potasio*, es decir, de 20,42 g/l,

— *Solución 0,1 M de ácido clorhídrico*,

— *Solución tampones*:

- a) *solución saturada de tartrato ácido de potasio puro*, al menos con 5,7 g/l a 20 °C. Esta solución puede conservarse hasta 2 meses en presencia de 0,1 g de timol por cada 200 ml.

$$\text{pH} \begin{cases} 3,57 \text{ a } 20^\circ\text{C} \\ 3,56 \text{ a } 25^\circ\text{C} \\ 3,55 \text{ a } 30^\circ\text{C} \end{cases}$$

- b) *Solución 0,05 M de ftalato ácido de potasio*, es decir exactamente 10,211 g de ftalato ácido de potasio puro y seco por litro a 20 °C (duración máxima de la solución 2 meses).

$$\text{pH} \begin{cases} 3,998 \text{ a } 10^\circ\text{C} \\ 3,999 \text{ a } 15^\circ\text{C} \\ 4,003 \text{ a } 20^\circ\text{C} \\ 4,008 \text{ a } 25^\circ\text{C} \\ 4,015 \text{ a } 30^\circ\text{C} \end{cases}$$

- c) *Solución conteniendo*:

fosfato monopotásico puro $\text{KH}_2\text{PO}_4$	3,402 g
fosfato dipotásico puro $\text{K}_2\text{HPO}_4$	4,354 g (*)
agua ( $\text{H}_2\text{O}$ ) csp	1 l

(duración máxima de la solución 2 meses)

$$\text{pH} \begin{cases} 6,90 \text{ a } 15^\circ\text{C} \\ 6,88 \text{ a } 20^\circ\text{C} \\ 6,86 \text{ a } 25^\circ\text{C} \\ 6,85 \text{ a } 30^\circ\text{C} \end{cases}$$

**Forma de operar**1. *Puesta a cero del aparato*:

Se efectúa antes de cada medida, siguiendo las instrucciones dadas por el aparato utilizado.

2. *Graduación del pHmetro*

Se introduce el electrodo en la solución tampón de pH 3,57, a la temperatura de 20 °C y se lleva la aguja sobre la escala de los pH a este valor mediante el botón de regulación. Se tira la solución tampón y se lava, con cuidado, el electrodo con agua destilada.

(\*) O 3,55 g de fosfato disódico  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  desecados 2 horas a 110—130 °C.

Se introduce el electrodo en la solución tampón de pH 4,00 y a la temperatura de 20 °C, la aguja debe indicar el valor 4 sobre la escala de los pH. Lavar de nuevo con cuidado el electrodo.

3. *Medida*

Introducir el electrodo en el vino o zumo de uva cuya temperatura debe estar comprendida entre 20 y 25 °C y tan próxima a 20 °C como sea posible. Se lee directamente sobre la escala el valor del pH.

Efectuar, como mínimo, dos lecturas con el mismo vino.

Tomar como resultado la media aritmética de las dos determinaciones que no deben diferir en más de 0,1.

## 15. ÁCIDO SÓRBICO

### 15.1. FUNDAMENTO

El ácido sórbico, arrastable por el vapor de agua (constante de volatilidad 0,59, se determina en el destilado después de haber eliminado las sustancias perturbadoras por evaporación o sequedad de la muestra de destilado ligeramente alcalinizada con lechada de cal, bien por espectro fotometría de absorción en el ultravioleta, bien por colorimetría después de oxidarlo a dialdehído malónico que se condensa con el ácido tiobarbitúrico para dar un compuesto rojo.

Los contenidos inferiores a 20 mg/l deben confirmarse por la caracterización en cromatografía en capa fija (sensibilidad: 5 mg/l).

#### Obtención del destilado

Preparar el destilado como se indica en la determinación de la acidez volátil, tomando de 320 a 330 ml a partir de 20 ml de vino a los que se ha añadido 1-2 g de ácido tártrico, para extraer la totalidad del ácido sórbico (<sup>1</sup>).

### 15.2. ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN EN EL ULTRAVIOLETA

#### Reactivos

- lechada de cal, aproximadamente 0,04 N,
- solución de sulfato de cobre de 50 mg/l:  
CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O puro: 50 mg,  
H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> puro: 0,1 ml,  
agua, csp: 1 l,
- solución de ácido sórbico de 20 mg/l: Introducir 20 mg de ácido sórbico en un matraz aforado de 1 l que contenga 900 ml de agua caliente, agitar, dejar enfriar y enrasar. Puede también disolverse 26,8 mg de sorbato potásico en agua fría y enrasar a un litro.

#### Forma de operar

Echar 5 ml de destilado, en una cápsula de 55 mm de diámetro, añadir 1 ml de lechada de cal límpida, aproximadamente 0,04 N, y 1 gota de solución de sulfato de cobre. Evaporar a sequedad en un baño maría hirviendo. Disolver el residuo con agua destilada, llevar a un matraz aforado de 20 ml y enrasar con las aguas de lavado de la cápsula.

Medir la absorbancia a 256 nm comparando con un blanco preparado con 1 ml de lechada de cal, 1 gota de solución de sulfato de cobre y llevando a 20 ml.

Remitirse a una recta patrón, establecida con soluciones que tengan un contenido de: 0,5—1—2,5 y 5 mg de ácido sórbico por litro, cuyas absorbancias hayan sido medidas con respecto al agua destilada. Estas soluciones se habrán obtenido por dilución acuosa de la solución de 20 mg/l.

#### Cálculo

Sea e mg/l la cantidad de ácido sórbico que contiene la solución colocada en la cubeta, cantidad dada por la comparación espectrofotométrica.

Si V ml es el volumen (próximo a 330 ml) de destilado obtenido a partir de 20 ml de vino, el vino contiene  $0,2 \times e \times V$  mg de ácido sórbico por litro (es decir  $66 \times e$  mg/l si se han recogido exactamente 330 ml de destilado).

Si el contenido en ácido sórbico hallado es inferior o igual a 20 mg/l: Realizar, en primer lugar, la caracterización del ácido sórbico en el vino mediante cromatografía en capa fina.

(<sup>1</sup>) Para arrastrar la totalidad de la acidez volátil, basta con tomar 250 ml de destilado; para que el arrastre del ácido sórbico sea total es necesario tomar 320-330 ml. La determinación del — ácido sórbico para la corrección de la acidez volátil, tal como se indica en la nota 2 del capítulo «acidez volátil», permítehallar del 96 al 97 % del ácido sórbico, si el volumen de destilado tomado es de 250 ml.

Si la presencia de ácido sórbico es así detectada, volver a empezar la determinación en las condiciones siguientes:

Tomar 50 ml de destilado. Colocarlos en una cápsula con 3 ml de lechada de cal límpida (aproximadamente 0,04 N) y 5 gotas de solución de sulfato de cobre. Evaporar a sequedad en un baño maría hirviendo. Disolver el residuo con agua destilada y pasarlo a un matraz aforado de 20 ml, enrasando con las aguas de lavado de la cápsula. Agitar. Continuar la determinación como anteriormente con 5 ml de este destilado concentrado.

#### Cálculo

Sea  $e$  mg/l, la cantidad de ácido sórbico contenida en la solución, destilado concentrado 2,5 veces, introducido en la cubeta, cantidad dada por la comparación espectrofotométrica.

Si  $V$  ml es el volumen (próximo a 330 ml) del destilado obtenido a partir de 20 ml de vino, el vino contiene  $0,02 \times e \times V$  — mg de ácido sórbico por litro.

### 15.3. DETERMINACIÓN COLORIMÉTRICA

#### Reactivos

- lechada de cal 0,04 N aproximadamente,
- ácido sulfúrico en solución N,
- dicromato potásico en solución 0,1 N,
- ácido tiobarbitúrico en solución al 0,02 % (p/v): Disolver 200 mg de ácido tiobarbitúrico en agua destilada a 60—80 °C. Enrasar a 100 ml. La solución debe estar perfectamente límpida, si no debe filtrarse. Preparar en el momento de su empleo.
- solución de ácido sórbico de 20 mg/l: Echar 20 mg de ácido sórbico en un matraz aforado de 1 l que contenga 900 ml de agua caliente, agitar, dejar enfriar y enrasar a un litro.  
Puede también disolverse 26,8 mg de sorbato potásico en agua fría y enrasar a un litro.

#### Forma de operar

Tomar 5 ml de destilado, introducirlos en una cápsula con 1 ml de lechada de cal límpida (aproximadamente 0,04 N). Evaporar a sequedad en un baño maría hirviendo. Disolver el residuo con agua destilada, llevar a un matraz aforado de 10 ml y enrasar con las aguas de lavado de la cápsula. Agitar.

Echar sucesivamente en un tubo de ensayo:

- 1 ml de este destilado diluido al 50 %,
- 1 ml de agua destilada,
- 1 ml de solución de ácido sulfúrico,
- 0,2 ml de solución 0,1 N de dicromato potásico.

Llevar este tubo a un baño maría hirviendo y mantenerlo durante 5 minutos exactamente. Enfriar de forma brusca el tubo en un baño de agua con hielo y añadir 2 ml de solución de ácido tiobarbitúrico al 0,2 %. Llevarlo otra vez a un baño maría hirviendo y mantenerlo durante 10 minutos exactamente. Enfriarlo luego en un baño de agua con hielo.

Se desarrollará una coloración rosa cuya absorbancia debe medirse como máximo a los diez minutos de haber retirado el tubo del baño maría. El líquido debe estar totalmente frío.

Los tiempos de calentamiento y el empleo del baño de agua con hielo deben respetarse muy escrupulosamente, sino se modifica la intensidad de la coloración.

Medir la absorbancia de la solución coloreada a 532 nm con respecto a un testigo preparado con 2 ml de agua destilada a los que se habrán añadido las mismas cantidades de reactivos indicados anteriormente.

Remitirse a una recta patrón establecida con soluciones que contengan 0,5—1—1,25 y 5 mg/l de ácido sórbico, preparadas a partir de la solución de 20 mg/l: se opera con 1 ml de cada una de estas soluciones de la misma forma que para el destilado diluido al 50 %.

#### Cálculo

Sea  $e$  mg/l, la cantidad de ácido sórbico contenida en la solución introducida en la cubeta, cantidad dada por la comparación espectrofotométrica.

Si  $V$  ml es el volumen (próximo a 330 ml) del destilado obtenido a partir de 20 ml de vino, el vino contiene  $0,1 \times e \times V$  mg de ácido sórbico por litro (ó  $33 \times e$  mg de ácido sórbico, si se hubieren recogido exactamente 330 ml de destilado).

**Si el contenido en ácido sórbico hallado es inferior o igual a 20 mg/l**

Realizar, en primer lugar, la caracterización del ácido sórbico en el vino por cromatografía en capa fina.

Si la presencia de ácido sórbico es así detectada, volver a realizar la determinación de las condiciones siguientes.

Tomar 50 ml de destilado. Colocarlos en una cápsula con 3 ml de lechada de cal (aproximadamente 0,04 N). Evaporar a sequedad en un baño maría hirviendo. Disolver el residuo con agua destilada y llevar a un matraz aforado de 20 ml, enrasando con las aguas de lavado. Agitar.

Echar sucesivamente en un tubo de ensayo:

- 1 ml de este destilado concentrado 2,5 veces,
- 1 ml de agua destilada,
- 1 ml de solución N de ácido sulfúrico,
- 0,2 ml de solución 0,1 N de dicromato potásico.

Continuar la determinación como anteriormente.

**Cálculo**

Sea e mg/l, la cantidad de ácido sórbico contenida en la solución colocada en la cubeta, cantidad dada por la comparación espectrofotométrica. Si V ml es el volumen (próximo a 330 ml) de destilado obtenido a partir de 20 ml de vino, el vino contiene  $0,02 \times e \times V$  mg de ácido sórbico por litro.

**15.4. CARACTERIZACIÓN POR CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA**

Este método se utiliza para confirmar los contenidos en ácido sórbico inferiores a 20 mg/l tal como se prevé en los métodos por espectrometría en el ultravioleta o por colorimetría descritos en los puntos 15.2 y 15.3.

**Fundamento de los métodos**

El ácido sórbico se extrae previamente por el éter del vino acidificado. Tras separación por cromatografía en capa fina de polvo de poliamida, se caracteriza por un examen en ultravioleta mediante cromatograma.

**Reactivos**

- éter puro
- metanol puro
- alcohol de 96 % vol
- ácido sulfúrico diluido al 20 % (v/v)
- Sulfato de sodio anhidro
- polvo de poliamida por cromatografía Macherey-Nagel o Merck
- indicador fluorescente F 254 Merck o equivalente
- solvente:
 

pentano n:	10 partes
hexano n:	10 partes
ácido acético glacial:	3 partes
- solución patrón: 0,1 g de ácido sórbico por 100 ml de alcohol de 96 % vol.

**Aparatos**

- Dispositivo para cromatografía en capa fina,
- placas de vidrio 20 × 20 cm,
- preparación de las placas: mezclar íntimamente en seco 12 g de polvo de poliamida con 0,3 g de revelador fluorescente; añadir, agitando, 60 ml de metanol; extender sobre las placas con un espesor de 0,3 mm. Dejar secar a temperatura ambiente.

**Forma de operar**

Colocar 50 ml de vino en una ampolla de decantación; acidificar con ácido sulfúrico diluido al 20 % y efectuar 3 extracciones con 20 ml de éter cada vez. Juntar las soluciones etéreas en una ampolla de decantación y lavarlas con algunos mililitros de agua destilada. Secar después dicho éter con sulfato de sodio anhidro.

Evaporar el éter a sequedad, bien en baño maría, bien en un evaporador rotativo. Si la evaporación se efectúa al baño maría, es aconsejable activarla mediante una corriente de aire moderada hasta que queden 2 o 3 mililitros y terminar la evaporación en frío.

Disolver el residuo en 1 ml de etanol, depositar de 3 a 5  $\mu$ l de dicha solución sobre la placa de poliamida, así como de 3 a 5  $\mu$ l de las soluciones alcohólicas patrón de los diferentes conservadores. Introducir la placa en una cubeta para cromatografía, saturada de los vapores del solvente. Dejar que el solvente migre hasta una altura de 15 cm aproximadamente, lo que requiere de 1 hora y media a 2 horas y media.

Sacar la placa de la cubeta y dejar secar a temperatura ambiente. Observar, después, con luz ultravioleta a 360 nm de longitud de onda. El ácido sórbico da una mancha oscura sobre un fondo amarillo-verdoso fluorescente.

Sensibilidad — Dicha técnica permite detectar 5 mg de ácido sórbico por litro.

## 16. ÁCIDO L-ASCÓRBICO

### 16.1. FUNDAMENTO DE LOS MÉTODOS

#### a) Determinación del ácido L-ascórbico total

El ácido L-ascórbico se oxida con el yodo a ácido dehidroascórbico que se precipita con la 2,4-dinitrofenilhidrazina como *bis* (2,4, dinitrofenilhidrazona). Después de una separación por cromatografía en medio acético, este compuesto, coloreado en rojo, se determina colorimétricamente a 500 nm.

#### b) Determinación del ácido L-ascórbico activo (método rápido de ensayo)

Puede medirse, de forma aproximada, la cantidad de ácido L-ascórbico activo, aún reductor, por iodometría directa sobre el vino, en el que el anhídrido sulfuroso ha sido combinado previamente al etanal o al propanal.

### 16.2. DETERMINACIÓN DEL ÁCIDO L-ASCÓRBICO TOTAL

#### Reactivos

- solución de ácido metafosfórico al 30 % (p/v): Triturar en un mortero algunos trozos de ácido metafosfórico cristalizado, pesar 30 g de los mismos. Lavarlos rápidamente, recubriéndolos con agua destilada y agitando; tirar el agua de lavado. Disolver el ácido lavado con agua destilada agitando. Enrasar hasta 100 ml. La solución obtenida tiene aproximadamente el 30 % de ácido metafosfórico. Conservar esta solución en nevera y, como máximo, una semana,
- solución de ácido metafosfórico al 3 %: esta solución se prepara en el acto, diluyendo la solución de ácido metafosfórico al 30 %,
- solución de ácido metafosfórico al 1 %: esta solución se prepara en el acto diluyendo el ácido metafosfórico al 30 %,
- suspensión de poliamida: se ponen 10 g de polvo de poliamida para cromatografía en contacto con 60 ml de agua destilada durante 2 horas (esta cantidad es suficiente para 4 de terminaciones),
- tiourea,
- solución 0,1 N de yodo,
- solución de 2,4-dinitrofenilhidrazina al 6 % en una mezcla a partes iguales de ácido acético y ácido sulfúrico: se pone primero la 2,4-dinitrofenilhidrazina en suspensión con 50 ml de ácido acético glacial; la solubilización se obtiene añadiendo el mismo volumen de ácido sulfúrico puro ( $\rho_{20} = 1,84$ ),
- acetato de etilo que contenga un 2 % (v/v) de ácido acético glacial,
- cloroformo,
- gel de sílice G para cromatografía,
- almidón soluble en solución al 0,5 %,
- solvente:
  - acetato de etilo 50 partes (en volúmenes),
  - cloroformo 60 partes,
  - ácido acético glacial 5 partes.Dejar reposar el solvente durante 12 horas antes de utilizarlo,
- ácido L-ascórbico.

#### Aparato

Extensor para capa fina

Placas de vidrio 20 × 20 cm.

Preparación de las placas para cromatografía. Poner 30 g de gel de sílice en suspensión con 70 ml de una solución acuosa que contenga 0,5 % de almidón soluble. Extender esta suspensión con un espesor de 0,3 mm. Esta cantidad es suficiente para la preparación de 5 placas de 20 × 20 cm. Después de secarlas a temperatura ambiente durante 15 minutos aproximadamente, activar las placas manteniéndolas durante una hora y media en una estufa a 105 °C.

### Forma de operar

#### Oxidación a ácido dehidroascórbico

En un matraz aforado de 100 ml, introducir 50 ml de vino, añadir 15 ml de suspensión de poliamida y enrasar con la solución de ácido metafosfórico al 3 %. Dejar reposar durante 1 h agitando con frecuencia. Filtrar por filtro de pliegues. Echar 20 ml de filtrado en un tubo de centrifugación de 50 ml de capacidad y con tapón esmerilado. Añadir 1 ml de solución 0,1 N de ydo. Mezclar y, después de 1 minuto, reducir el exceso de ydo añadiendo 25 mg, aproximadamente, de tiourea.

#### Formación y extracción de la «bis» (2,4-dinitrofenilhidrazona) del ácido dicetogulónico

Colocar el tubo en un baño maría a una temperatura comprendida entre 5 y 10 °C; añadir 4 ml de solución 2,4-dinitrofenilhidrazina. Mezclar con cuidado, evitando que se moje el tapón de vidrio. Mantener después el tubo bien cerrado en un baño a 20 °C durante 16 horas, aproximadamente (una noche).

Introducir en el tubo de centrifugación 15 ml de acetato de etilo que contenga un 2 % de ácido acético. Cerrar el tubo con un tapón esmerilado y agitar, con fuerza, durante 30 segundos; centrifugar después durante 5 minutos a 1 000—1 200 rpm. Tomar con la pipeta 10 ml de acetato de etilo de extracción y echarlos en un erlenmeyer con tapón esmerilado.

En el tubo de centrifugación, echar 5 ml de acetato de etilo que contenga un 2 % de ácido acético; agitar de nuevo durante 30 segundos y centrifugar durante 5 minutos a 1 000—1 200 rpm. Tomar 5 ml del acetato de etilo de extracción y echarlos en un erlenmeyer que contenga los 10 ml de la primera extracción. Mezclar.

#### Aislamiento de la «bis» (2,4-dinitrofenilhidrazona) por cromato grafía

Dejando un margen de 2 cm en la parte inferior y lateral de la placa, depositar sobre toda la línea de partida 0,2 ml de acetato de etilo de extracción. Extender una capa de 1 cm aproximadamente de solvente en la cubeta de cromatografía y dejar que la atmósfera se sature de los vapores del solvente antes de introducir la placa. Dejar migrar el solvente hasta el borde superior de la placa. (Esta separación cromatográfica debe hacerse dentro de las dos horas siguientes a la extracción.)

Secar las placas durante una hora bajo una vitrina. Estando la placa en posición vertical, sobre una hoja de papel satinado, raspar con una espátula, perpendicularmente a la dirección de migración, la zona de coloración roja característica de la bis (2,4-dinitrofenilhidrazona), esta operación debe efectuarse fuera de toda corriente de aire. Colocar sin que se produzcan pérdidas, el producto pulverulento obtenido en un pequeño pesasustancias con tapadera esmerilada junto con 4 ml de ácido acético glacial. Dejar reposar durante 30 minutos agitando con frecuencia. Filtrar con un pequeño filtro de pliegues directamente sobre la cubeta del espectrofotómetro de 10 mm de espesor, volviendo a echar sobre el filtro las 25 a 30 primeras gotas para obtener un filtrado perfectamente limpio.

Medir la absorbencia de esta solución a 500 nm, utilizando el ácido acético como líquido de referencia y llevar esta medida a la curva patrón.

#### Obtención de la curva patrón

Preparar una solución al 1 % de ácido L-ascórbico, utilizando la solución de ácido metafosfórico al 1 % como disolvente.

Diluir, hasta 100 ml, 5—10 y 15 ml de esta solución, utilizando la misma solución de ácido metafosfórico como diluyente.

Con 50 ml de cada una de estas diluciones de 50—100—150 mg de ácido L-ascórbico por litro, efectuar las reacciones sucesivas indicadas-anteriormente.

La representación gráfica de las absorbencias en función de la concentración de las soluciones en una recta que pasa por el origen.

### 16.3. MÉTODO RÁPIDO DE ENSAYO

#### Determinación del ácido L-ascórbico activo

##### Soluciones

- solución de etanal de 6,9 g/l: obtenida por destilación del metaldehído o del paraldehído, en presencia del ácido sulfúrico y valorada por el método de sulfito sódico. Se ajusta esta solución para que contenga 6,9 g/l. 1 ml de esta solución se combina con 10 mg de anhídrido sulfuroso,
- ácido sulfúrico a 1/10 en volumen (180 g/l),
- engrudo de almidón de 5 g/l: que contenga 200 g de cloruro sódico por litro para asegurar su conservación. Esta solución debe mantenerse en ebullición durante 10 minutos, cuando se efectúe su preparación,
- iodo 0,05 N.

**Forma de operar**

Introducir 50 ml de vino en un erlenmeyer de 300 ml, añadir 5 ml de la solución de etanal de 6,9 g/l (puede utilizarse también 5 ml de solución de propanal de 10 g/l). Tapar y dejar reposar durante 30 minutos, como mínimo. Añadir 3 ml de ácido sulfúrico a 1/10 y yodo 0,05 N en cantidad suficiente para que vire el engrudo de almidón. Sea  $n$  el volumen de yodo empleado.

1 ml de yodo 0,05 N oxida 4,4 mg de ácido L-ascórbico.

El vino contiene aproximadamente 88 n mg de ácido L-ascórbico por litro.

*Notas:*

1. El yodo, en medio ácido, oxida determinadas sustancias del — vino, pero el volumen de yodo 0,05 N consumido en las condiciones anteriores es, en general, escaso: de 0,2 a 0,3 ml. Este método permite detectar los vinos a los que se haya añadido ácido L-ascórbico en cantidades superiores a 20 mg/l y que no se haya transformado en productos de oxidación.
2. Para los vinos tintos, es ventajoso iluminar el vino por debajo con un haz de luz amarilla obtenida mediante una bombilla-eléctrica corriente y una solución de dicromato potásico o mediante una lámpara de vapor de sodio. Hay que colocarse en una cámara oscura y observar la transparencia del vino que se vuelve opaco cuando se llega al punto de viraje del engrudo.

## 17. SODIO

## FUNDAMENTO DEL MÉTODO ÚNICO

El sodio, al igual que el potasio, se determina mediante un fotómetro de llama, midiendo la intensidad de las radiaciones 589,0 y 589,6 nm emitidas en la llama de un mechero alimentado con gas comburante que contiene el nebulizado del vino diluido a 1/10 o más.

**Aparato**

Al ser el método comparativo, la sensibilidad del fotómetro y la temperatura de la llama no tienen gran influencia; sin embargo, conviene dar preferencia a la llama butano-aire en la determinación de los metales alcalinos, para evitar la interferencia de los cationes.

El fotómetro debe calibrarse con diferentes diluciones de una solución de referencia que contenga 20 mg de sodio por litro (0,869 mg/l) y diversos aniones, cationes y materias orgánicas en cantidades próximas a las que existen en un vino de tipo medio diluido a 1/10 con agua.

**Soluciones**

<i>Solución de referencia</i>		<i>Solución de dilución</i>	
alcohol absoluto:	10 ml,	alcohol absoluto:	10 ml,
ácido cítrico:	700 mg,	ácido cítrico:	700 mg,
azúcar	300 mg,	azúcar:	300 mg,
glicerol	1 000 mg,	glicerol:	1 000 mg,
tartrato ácido de potasio	481,3 mg,	tartrato ácido de potasio:	481,3 mg,
cloruro cálcico seco	10 mg,	cloruro cálcico seco:	10 mg,
cloruro de magnesio seco	10 mg,	cloruro de magnesio seco:	10 mg,
cloruro sódico seco	50,84 mg,	agua csp:	1 l.
agua csp:	1 l.		

Para preparar las soluciones, se empieza disolviendo 481,3 mg de tartrato ácido de potasio puro en medio litro de agua muy caliente y se mezcla esta solución con los demás elementos previamente disueltos en 400 ml de agua; se enrasa a un litro. Se asegura la conservación de estas soluciones añadiendo 2 gotas de isotiocianato de alilo.

En caso de vinos dulces y de mostos, añadir además una cantidad de azúcar, semejante a la que existe en el vino (o mosto), diluido a 1/10 con agua.

En caso de vinos que contengan hasta 1 gramo por litro de ácido salicílico, hay que añadir 86,4 mg de ácido salicílico por litro de solución de referencia y de dilución, teniendo esta substancia una acción notable sobre el resultado.

**Forma de operar**

Se regulará y calibrará el fotómetro con la solución de referencia pura y con diversas diluciones de esta solución de referencia a 1/20, 1/10, 1/2, 3/4, con la solución de dilución.

La medida se efectuará con vino diluido a 1/10 con agua.

Si fuere necesario, se diluirá el vino ya diluido a 1/10 con la solución de dilución, para que la aguja del galvanómetro no supere la graduación 100.

## 18. HIERRO

### 18.1. FUNDAMENTO DE LOS MÉTODOS

- a) **Método de referencia:** Determinación espectrofotométrica del hierro total con ortofenantrolina después de mineralización con perhidrol;
- b) **Método usual:** Determinación espectrofotométrica de absorción atómica.

### 18.2. MÉTODO DE REFERENCIA

#### 1. MINERALIZACIÓN

##### Soluciones

- perhidrol de 100—110 volúmenes, exento de hierro,
- ácido clorhídrico normal, exento de hierro,
- amoníaco puro, densidad 0,92,
- piedra pómez en granos, tratada con ácido clorhídrico hirviendo a 1/2 y lavada con agua destilada.

##### Forma de operar

La forma de operar tiene dos variantes, según el contenido en azúcar de los vinos:

- a) *Caso de vinos secos o moderadamente azucarados* (hasta 50 g/l de azúcar). Introducir en un matraz de Kjeldahl de 100 ml de capacidad algunos granos de piedra pómez, 20 ml de vino y 10 ml de agua oxigenada de 100 volúmenes. Con centrar el líquido en un baño de arena hasta que el volumen quede reducido a 2 o 3 ml. Después de que se enfríe, añadir al residuo obtenido, mediante una bureta y gota a gota, de 3 a 4 ml, o más según las necesidades, de amoníaco, sin mojar las paredes del matraz. Hay que añadir un exceso perceptible al olor, justo el necesario para alcalinizar el medio y precipitar los hidróxidos metálicos. Debe controlarse la intensidad de reacción entre el agua oxigenada y el amoníaco, bien sea enfriando con agua fría, bien calentando suavemente mediante un baño maría.

Después de que esté frío, añadir al líquido alcalino al ácido clorhídrico normal en cantidad suficiente para disolver el precipitado de los hidróxidos formados; pasar la solución obtenida a un matraz aforado de 100 ml. Después de lavar el matraz de Kjeldahl con el ácido normal, completar el volumen del erlenmeyer con el mismo ácido.

- b) *Caso de vinos ricos en azúcares.* El tratamiento de oxidación de los vinos ricos en azúcares (50—200 g/l) difiere ligeramente de la forma de operar expuesta anteriormente. La muestra de 20 ml de vino se trata con 20 ml de agua oxigenada. Los líquidos que contengan más de 200 g/l de azúcar deben diluirse previamente a 1/2 o incluso a 1/4.

##### Observación

Se procurará efectuar los ensayos en blanco con agua destilada y empleando el volumen de agua oxigenada utilizado para los envasados principales.

#### 2. DETERMINACIÓN ESPECTROFOTOMÉTRICA

##### Soluciones

- solución de hidroquinona al 2,5 % en agua acidulada (10 ml de ácido sulfúrico puro por litro de solución). Esta solución se conservará en un frasco tapado en nevera y se sustituirá en cuanto aparezca el más mínimo tono marrón claro (aspecto a tostato),
- solución de sulfito de sodio al 20 % a partir de sulfito neutro y anhidro,
- solución de acetato amónico al 20 %,
- solución de ortofenantrolina al 0,5 % en alcohol de 96 % vol,
- solución valorada de hierro III, de 1 g/l de hierro. Pesar 8,6341 g de sulfato férrico y amónico e introducirlos en un matraz aforado de 1 l; disolverlos en, aproximadamente, 100 ml de ácido clorhídrico normal. Al no ser la disolución instantánea, hay que agitar de vez en cuando. Enrasar con el mismo ácido. Debe comprobarse la normalidad de esta solución.

### Reducción del hierro III y formación del complejo coloreado

Tomar dos muestras de 20 ml cada una de la solución clorhídrica cuyo volumen es de 100 ml y echarlos respectivamente en dos matraces aforados de 50 ml con tapón esmerilado. Añadir a cada matraz 2 ml de la solución de hidroquinona, 2 ml de la solución de sulfito y 1 ml de la solución de ortofenantrolina. Dejar reposar durante 15 minutos; la reducción se produce a pH próximo a 1—2. Añadir entonces 10 ml de acetato amónico; la coloración de la ortofenantrolina ferrosa aparece de repente; completar el volumen hasta 50 ml con agua destilada. Proceder después a las medidas colorimétricas.

### Medidas colorimétricas y cálculo de los resultados

Medir la densidad óptica para la radiación 508 nm. A falta de espectrofotómetro con monocromático, emplear el filtro Wratten n° 75 azul-verde. Establecer la curva de referencia mediante una gama de concentraciones en hierro comprendida entre 0 y 200 µg en 50 ml. En general, la cubeta de 10 mm de espesor es suficiente. No obstante, el empleo de cubetas de diferentes espesores permite evitar las diluciones y aumentar la precisión de las medidas.

En estas condiciones, establecer para cada cubeta una curva de referencia. Trazar estas curvas de forma que a las densidades ópticas leídas les correspondan el número de microgramos de hierro contenido en un volumen de 50 ml de la muestra sometida a la medida colorimétrica. Este volumen contiene 20 ml de líquido ácido, tomado de los 100 ml de una solución ácida resultante de la oxidación del vino. Estos 100 ml corresponden a los 20 ml de muestra de vino.

Llamando  $n$  al número de µg de hierro contenidos en 50 ml de la solución examinada y correspondiente a 20 ml de la solución ácida, es decir a 4 ml de vino, la cantidad de hierro es de  $0,25 n$  mg por litro de vino.

### Campo de aplicación y exactitud de la técnica

La técnica descrita permite determinar, sin tener que recurrir a la dilución y mediante el juego de cubetas, contenidos en hierro comprendidos entre 1,25 y 75 mg/l para una muestra de 20 ml de vino; el límite inferior puede disminuirse, aproximadamente, hasta 0,5 mg/l, aumentando el volumen de la muestra.

La precisión de las medidas es del 10 % para contenidos en hierro de 1,25 a 5 mg de hierro por litro de vino, e inferior al 5 % para las cantidades superiores a 5 mg/l.

## 18.3. MÉTODO USUAL

### 1. Fundamento del método

Empleo de la espectrofotometría de absorción atómica.

### 2. Reactivos

- hierro metálico,
- ácido nítrico concentrado ( $d = 1,413$ ),
- ácido nítrico diluido (1 + 1),
- agua bidestilada.

### 3. Aparatos y accesorios

- pipeta graduada,
- micropipeta,
- matraz aforado,
- espectrofotómetro de absorción atómica,
- lámpara de cátodo hueco para el hierro,
- gas de alimentación: aire, acetileno y/o protóxido de nitrógeno.

#### 4. Forma de operar

##### 4.1. Preparación de la muestra

Tomar con una pipeta graduada 20 ml de la muestra, echarlos en un matraz aforado de 100 ml y enrasar con agua bidestilada. Leer en el espectrofotómetro de absorción atómica la absorbencia de la muestra diluida en la longitud de onda de 248,3 nm. Deducir la concentración en hierro mediante la curva patrón.

##### 4.2. Preparación de la curva patrón

Pesar 1 000 g de hierro metálico y traspasarlo cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml. Añadir ácido nítrico diluido en cantidad suficiente para disolver el metal, añadir 10 ml de ácido nítrico concentrado, enrasar con agua bidestilada.

Esta solución contiene 1 000 mg/l de hierro (solución A). Con una pipeta graduada, tomar 10 ml de la solución A y echarlos en un matraz aforado de 100 ml, completando el volumen con agua bidestilada; esta solución contiene 100 mg/l de hierro (solución B).

Con una microbureta, tomar 1, 2, 5 ml de la solución B, echarlos en un matraz aforado de 100 ml y completar el volumen con agua bidestilada; se obtienen así soluciones que contienen 1, 2, 5 mg/l de hierro, respectivamente. Con los valores de la absorbancia de estas soluciones, medidas como se describe en 4.1, trazar la curva patrón.

#### 5. Expresión de los resultados

Los da, en mg/l, la formula:  $C \times n$

donde C = concentración del hierro, tomada sobre la curva patrón, de la muestra diluida,

n = dilución realizada.

#### 6. Observaciones

6.1. Las soluciones para establecer la curva patrón y las diluciones de la muestra deben, no obstante, elegirse en función de la sensibilidad del aparato empleado y de la concentración del hierro presente en la muestra.

6.2. Para una serie de determinaciones, es conveniente comprobar, como mínimo, un punto de la curva patrón.

## 19. COBRE

### 19.1. FUNDAMENTO DEL MÉTODO ÚNICO

Empleo de la espectrofotometría de absorción atómica.

### 19.2. REACTIVOS

- cobre metálico,
- ácido nítrico concentrado al 65 % (d = 1,40),
- ácido nítrico diluido (1 + 1),
- agua bidestilada.

### 19.3. APARATOS Y ACCESORIOS

- pipeta graduada,
- micropipeta,
- matraz aforado,
- cápsula de platino,
- espectrofotómetro de absorción atómica,
- lámpara de cátodo hueco para el cobre,
- gas de alimentación: aire, acetileno y/o peróxido de nitrógeno.

### 19.4. FORMA DE OPERAR

#### 1. Preparación de la muestra

Tomar con una pipeta graduada 20 ml de muestra, echarlos en un matraz aforado de 100 ml y enrasar con agua bidestilada.

Leer en el espectrofotómetro de absorción atómica la absorbencia de la muestra diluida en la longitud de onda de 324,8 nm. Deducir la concentración en cobre mediante la curva patrón.

#### 2. Preparación de la curva patrón

Pesar 1 000 g de cobre metal y pasarlo cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml. Añadir el ácido nítrico diluido en una cantidad estrictamente suficiente para disolver el metal, añadir 10 ml de ácido nítrico concentrado y enrasar con agua bidestilada. Esta solución contiene 1 000 mg/l de cobre (solución A).

Con una pipeta graduada tomar 10 ml de la solución A y echarlos en un matraz aforado de 100 ml completando el volumen con agua bidestilada, esta solución contiene 100 mg/l de cobre (solución B).

Con una microbureta, tomar 0,5, 1, 2 ml de la solución B, echarlos en un matraz aforado de 100 ml completando el volumen con agua bidestilada; se obtienen así soluciones que contienen 0,5, 1, 2 mg/l de cobre, respectivamente. Construir la curva patrón con los valores de absorbencia de estas soluciones, medidos como se describe en el punto 4.1.

#### 3. Expresión de los resultados

Los da, en mg/l, la fórmula:  $C \times n$

donde C = concentración del cobre tomado sobre la curva patrón de la muestra diluida,

n = dilución efectuada.

#### 4. Observaciones

- a) Las soluciones para establecer la curva patrón y las diluciones de la muestra deben elegirse en función de la sensibilidad del aparato utilizado y de la concentración del cobre presente en la muestra.

- b) Para una serie de determinaciones, es oportuno comprobar un punto de la curva patrón.
- c) Para concentraciones de cobre muy débiles, la forma de operar es la siguiente: echar 100 ml de muestra en una cápsula de platino, evaporar en un baño maría hasta consistencia de jarabe, añadir, gota a gota, 2,5 ml de ácido sulfúrico concentrado, tratando de cubrir todo el fondo de la cápsula. Llevar a cabo, con precaución, la incineración del residuo sobre una placa calentadora eléctrica o sobre una pequeña llama; introducir entonces la cápsula en un horno eléctrico regulado a  $500^{\circ} \pm 25^{\circ} \text{C}$ , manteniéndola una hora aproximadamente. Después de que se enfríe, humedecer las cenizas con 1 ml de ácido nítrico concentrado, triturar con una pequeña varilla de vidrio, evaporar e incinerar de nuevo como anteriormente. Meter otra vez la cápsula en el horno durante 15 minutos; repetir tres veces, como mínimo, este tratamiento con ácido nítrico concentrado. Solubilizar las cenizas añadiendo en la cápsula 1 ml de ácido nítrico concentrado y 2 ml de agua bidestilada; pasar a un matraz aforado de 10 ml. Lavar la cápsula tres veces con 2 ml de agua bidestilada cada vez y enrasar con agua bidestilada.

## 20. PLATA

### 20.1. FUNDAMENTO DEL MÉTODO ÚNICO

Empleo de la espectrofotometría de absorción atómica, previa mineralización de la muestra.

### 20.2. REACTIVOS

- nitrato de plata,
- ácido nítrico concentrado al 65 % (d = 1,40),
- ácido nítrico diluido (1 + 9),
- agua bidestilada.

### 20.3. APARATOS Y ACCESORIOS

- cápsula de platino,
- matraz aforado,
- pipeta graduada,
- espectrofotómetro de absorción atómica,
- lámpara de cátodo hueco para la plata,
- gas de alimentación: aire, acetileno.

### 20.4. FORMA DE OPERAR

#### 1. Preparación de la muestra

Echar 20 ml de muestra en una cápsula de platino y evaporar a sequedad en un baño maría en ebullición. Incinerar en un horno eléctrico a 500-525 °C. Recoger las cenizas blancas con 1 ml de ácido nítrico concentrado, evaporar en un baño maría, volver a añadir 1 ml de ácido nítrico y evaporar. Añadir 5 ml de ácido nítrico diluido y calentar ligeramente hasta disolución. Efectuar la medida de la absorbancia con el espectrofotómetro de absorción atómica en la longitud de onda de 328,1 nm dentro de una llama de aire-acetileno.

#### 2. Preparación de la curva patrón

Se disuelven 1,5750 g de nitrato de plata con el ácido nítrico diluido en un matraz aforado de 1 000 ml (solución A).

Se disuelven hasta 1 000 ml de la solución A con ácido nítrico diluido (solución B).

Echar 2, 4, 6, 8, 10 y 20 ml de solución B en una serie de matraces aforados de 100 ml y enrasar con el ácido nítrico diluido. Estas soluciones contienen 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,0 y 2,0 mg/l de plata.

Efectuar las medidas en el espectrofotómetro y construir la curva patrón con los valores de absorbancia hallados.

#### 3. Expresión de los resultados

La concentración en plata de la muestra es igual a  $\frac{C}{4}$  mg/l donde:

C = concentración correspondiente a la lectura sobre la curva patrón.

#### 4. Observaciones

Pueden modificarse las soluciones de referencia para la construcción de la curva patrón, la cantidad de muestra tomada y el volumen final de líquido, en función de la sensibilidad del aparato utilizado.

## 21. CIANO-DERIVADOS

### 21.1. FUNDAMENTO DE LOS MÉTODOS

#### a) Método rápido de ensayo

Control de los vinos tratados con ferrocianuro potásico.

Verificación de la ausencia de precipitado de ferrocianuro férrico en suspensión o en sedimento.

Verificación de la ausencia de formación de ferrocianuro férrico por adición de una sal férrica al vino acidulado.

Detección de la presencia de hierro que puede precipitarse con una mezcla de ferrocianuro y ferrocianuro alcalinos añadida al vino acidulado.

#### b) Métodos usuales

Valoración argentimétrica del ácido cianhídrico total, liberado por hidrólisis ácida y destilado. Valoración argentimétrica del ácido cianhídrico libre, destilado bajo presión reducida o arrastrado por una corriente de aire a la temperatura ordinaria.

Los ciano-derivados se expresan en miligramos de ácido cianhídrico por litro y se determinan con una aproximación de 0,1 mg.

### 21.2. MÉTODO RÁPIDO DE ENSAYO

#### Control de los vinos tratados con ferrocianuro potásico

1. Detección de las trazas de ferrocianuro férrico en suspensión: después de agitar la muestra, se ponen 20 ml de vino en un tubo cónico de centrifugación de 30 ml. Contrifugar durante 15 minutos a 3 500 revoluciones por minuto. El fondo del tubo de centrifugación debe estar totalmente exento de partículas azules (\*).
2. Detección de trazas de iones ferrocianógenos en solución: en un tubo cónico de centrifugación de 30 ml, introducir 20 ml de vino límpido, 1 ml de ácido clorhídrico a 1/2 en volumen y 1 gota de una solución de sulfato férrico amónico al 15 %. Después de agitar y dejar en reposo durante 24 horas, como mínimo, centrifugar durante 15 minutos a 3 500 revoluciones por minuto. El fondo del tubo de centrifugación debe estar totalmente exento de partículas azules de ferrocianuro férrico.
3. Comprobación de la presencia de iones de hierro en el vino: en un tubo de ensayo, echar 20 ml de vino, 1 ml de ácido clorhídrico exento de hierro diluido a 1/2 en volumen (\*\*), 1 gota de una solución de ferrocianuro de potasio al 10 % y 1 gota de una solución de ferrocianuro de potasio al 10 % recientemente preparado. En menos de 30 minutos debe aparecer una coloración o un precipitado de color azul. Filtrando sobre un filtro sin pliegues de 5 cm de diámetro y lavando este filtro 2 veces con 5 ml de agua, debe observarse un depósito azul en este papel.

### 21.3. MÉTODOS USUALES

#### I. VALORACIÓN ARGENTIMÉTRICA DEL ÁCIDO CIANHÍDRICO TOTAL

##### Aparato

Se coloca un matraz de fondo redondo de 300 ml, con el cuello inclinado, sobre una placa de hierro de 200/200 mm provista de una abertura de 50 mm de diámetro. Este matraz se une mediante un

(\*) Puede sustituirse la centrifugación por una filtración sobre papel exento de hierro (diámetro del filtro: 5 cm) o mejor sobre una placa filtrante (diámetro de los poros: 0,45 µ).

(\*\*) Se obtiene fácilmente ácido clorhídrico diluido a 1/2 exento de hierro, diluyendo ácido clorhídrico puro comercial con su volumen de agua y destilándolo.

tubo que tiene sus extremos esmerilados al extremo superior de un refrigerante de West<sup>(1)</sup>, cuya camisa refrigerante tiene una longitud de 350 mm.

Este extremo inferior de este refrigerante, mantenido verticalmente, lleva una alargadera estrechada en su punto que conduce el destilado hasta el fondo de un matraz receptor de 50 ml. Este matraz está totalmente sumergido en agua helada.

#### Soluciones

- ácido sulfúrico diluido: mezclar 200 ml de ácido sulfúrico en una cantidad de agua suficiente para obtener 1 000 ml de solución,
- solución de rojo de fenol: se disuelven 0,05 g de rojo de fenol en 1,4 ml de una solución 0,1 N de hidróxido sódico; enrasar a 1 000 ml,
- solución de duro de potasio: disolver 250 g de duro de potasio en una cantidad de agua suficiente para obtener 1 l,
- solución 0,001 N de nitrato de plata: se disuelven 10 ml de una solución 0,1 N de nitrato de plata hasta obtener 1 000 ml después de añadir 0,5 ml de ácido nítrico concentrado,
- solución 1 N de hidróxido de sodio puro, exento de hierro.

#### Forma de operar

Introducir en el matraz de destilación 100 ml de vino filtrado (o sin filtrar si se quiere determinar también el ácido cianhídrico contenido en el eventual enturbiamiento azul), añadir 0,005 g, aproximadamente, de cloruro cúprico y 10 ml de ácido sulfúrico diluido. Introducir en el matraz receptor, 5 ml de solución normal de hidróxido de sodio puro, exento de hierro. Destilar, hasta que el matraz de 50 ml quede lleno.

Se vierte este destilado en un vaso de 400 ml colocado en un baño maría hirviendo<sup>(2)</sup> y para acelerar la evaporación dirigir una corriente de aire frío, producida por un fuelle, a la superficie del líquido alcalino. Hay que reducir el volumen hasta 5 o 7 ml, lo que requiere aproximadamente 30 minutos (no reducir nunca el volumen a menos de 5 ml).

Se filtra la solución enfriada a través de un pequeño filtro<sup>(3)</sup> recogiendo el filtrado en un tubo de ensayo de 20 mm de diámetro y 180 mm de longitud. Lavar el vaso y el filtro con algunos mililitros de agua.

Se coloca el tubo de ensayo sobre un fondo negro y se ilumina lateralmente mediante un haz de luz blanca. El líquido debe estar perfectamente transparente<sup>(4)</sup>.

Añadir dos gotas de solución de rojo de fenol para sensibilizar el viraje<sup>(5)</sup> y una gota de duro potásico. Valorar con la solución 1/1 000 N de nitrato de plata hasta que se produzca un ligero enturbiamiento, pero que sea estable. Sea *n* el volumen necesario para obtener este resultado.

Preparar, por otro lado, un tubo semejante al anterior con 5 ml de solución normal de hidróxido de sodio puro, dos gotas de solución de rojo de fenol<sup>(6)</sup>, una gota de solución de ioduro de potasio y agua pura en cantidad suficiente para obtener un volumen idéntico al del ensayo anterior. Añadir la solución, 0,001 N de nitrato de plata en cantidad suficiente para obtener el mismo enturbiamiento, sea *n'* el volumen empleado<sup>(7)</sup>.

(<sup>1</sup>) Este refrigerante está constituido por un cilindro de vidrio de poco espesor colocado en el interior de una camisa de vidrio cuyo diámetro interior es superior, en 1 mm solamente, al diámetro exterior del cilindro que debe refrigerarse. Así el agua fría circula con rapidez contra la pared por refrigerar.

(<sup>2</sup>) El baño maría debe calentarse con una resistencia eléctrica porque los gases de combustión del gas de hulla, contienen trazas de ácido cianhídrico. No se debe fumar en el laboratorio durante la evaporación porque el humo de tabaco contiene ácido cianhídrico.

(<sup>3</sup>) No es necesario filtrar si el residuo está totalmente limpio; es necesario si el aire del laboratorio contiene polvo.

(<sup>4</sup>) Algunos vinos, como los vinos de licor, etc., producen un destilado que no es limpio a pesar de la filtración: debe, entonces, colocarse este destilado en un matraz de destilación de 200 ml, añadir agua pura hasta obtener 30 ml y destilarlo cuando aún es alcalino, tirando el primer destilado de volumen igual a 15 ml aproximadamente. Enfriar el contenido del matraz, acidular con 5 ml, aproximadamente, de ácido sulfúrico diluido y volver a destilar, recogiendo el destilado sobre 5 ml de solución normal de hidróxido sódico. Destilar 5 ml aproximadamente de líquido. Entonces está limpio.

(<sup>5</sup>) Esta adición es facultativa, algunas personas observan mejor la aparición de la turbidez en una solución rosa que en una solución incolora.

(<sup>6</sup>) *n'* es igual a 0,05 o 0,1 ml, si el volumen de agua empleado es inferior a 10 ml. Para obtener un viraje sensible, es necesario que ese volumen sea lo menor posible, evitar en lo posible toda causa de dilución, durante la operación principal.

**Cálculo**

1 ml de solución, 0,001 N de nitrato de plata corresponde a 54 µg de ácido cianhídrico, por lo tanto 0,54 (n-n') es la cantidad de ácido cianhídrico total contenido en 1 l de vino, expresada en miligramos. Expresar los resultados con una sola cifra decimal.

Sólo deben considerarse como significativos de presencia de compuestos cianhídricos en el vino aquellos ensayos para los cuales n-n' sea superior a 0,5 ml.

Cuando n-n' sea superior a 20 ml, volver a efectuar todas las operaciones, utilizando una solución 0,01 N de nitrato de plata. Cuando n-n' sea superior a 10 ml, buscar y determinar el ácido cianhídrico libre por el procedimiento siguiente (II).

**II. DETERMINACIÓN DEL ÁCIDO CIANHÍDRICO LIBRE****Aparato**

El aparato está formado por dos matraces de 1 l, A y B, unidos por un tubo recto de 30 mm de diámetro y 300 mm de longitud esmerilado en sus extremos que permite separarlos. Uno de los matraces (A) lleva un grifo que puede conectarse a una bomba de vacío o al que se le puede adaptar un pequeño embudo mediante un manguito de plástico.

El tubo recto que une los matraces descansa sobre un mecanismo que permite la rotación del conjunto alrededor de su eje, a velocidad moderada.

**Forma de operar**

Echar 5 ml de solución de hidróxido de sodio en el matraz B y 5 ml de agua en el matraz A. Unir los dos matraces y hacer el vacío en el aparato, calentando ligeramente el contenido de los dos matraces para evaporar un poco de agua con objeto de que el vapor producido elimine las últimas trazas de aire. Cerrar el grifo y suprimir la unión con la bomba de vacío. Sumergir el matraz B en agua fría, y después en agua helada. Introducir, con precaución, 100 ml de vino en A, evitando la menor entrada de aire.

Sumergir el matraz A en una cápsula que contenga agua templada. El vino se pone a hervir. Activar la destilación, girando lentamente el aparato alrededor de su eje.

Después de haber destilado las dos terceras partes del contenido del matraz A (lo que requiere unos veinte minutos), invertir el aparato, sumergiendo B en el agua templada y A en agua helada. Volver a destilar, en sentido inverso, aproximadamente la tercera parte del contenido de B.

El matraz A contiene el alcohol, los aldehídos, los ésteres, los iones ferrocianógenos mezclados con el residuo del vino.

La valoración argentimétrica del ácido cianhídrico en el contenido del matraz B se efectúa, entonces, como se indica en I.

## 22. ANHÍDRIDO CARBÓNICO (DIÓXIDO DE CARBONO)

### 22.1. FUNDAMENTO DE LOS MÉTODOS

#### Método de referencia

##### I. *Caso de vinos tranquilos* (sobrepresión $\leq 0,5$ bares)

Al volumen de vino tomado de la muestra y llevado a una temperatura próxima a los  $0^{\circ}\text{C}$  se añade un exceso suficiente de sosa para lograr un pH de 10-11. Se valora con una solución ácida en presencia de anhídrido carbónico. Se deduce el contenido en  $\text{CO}_2$  del volumen empleado para pasar de pH 8,6 a 4,0. Una valoración testigo efectuada en las mismas condiciones sobre el vino descarbonizado permite tener en cuenta la cantidad de sosa consumida por los ácidos del vino.

##### II. *Caso de vinos de aguja y vinos espumosos*

Se lleva la muestra de vino que deba analizarse cerca de su punto de congelación. Después de tomar un cierto volumen que servirá de testigo una vez descarbonizado, se alcaliniza para fijar todo el  $\text{CO}_2$  en forma de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Se valora con una solución ácida en presencia del anhídrido carbónico. Se deduce el contenido  $\text{CO}_2$  del volumen de solución ácida empleado para pasar de pH 8,6 (forma bicarbonato) a pH 4,0 (ácido carbónico). Una valoración testigo efectuada en las mismas condiciones sobre el vino descarbonizado permite corregir el volumen de sosa consumido por los ácidos del vino.

#### Método usual

Agitando un determinado volumen de vino en un matraz con una capacidad mucho mayor que el volumen de vino utilizado, el anhídrido carbónico del vino se desprende, en su mayoría, hasta que se produce el equilibrio de las dos fases. Midiendo el incremento de presión, se puede valorar, con una aproximación suficiente, el anhídrido carbónico contenido en el vino.

### 22.2. MÉTODO DE REFERENCIA

#### I. CASO DE VINOS TRANQUILOS (sobrepresión $\leq 0,5$ bares)

##### Reactivos y material

- solución 0,1 N de hidróxido de sodio,
- solución 0,1 N de ácido sulfúrico,
- solución de 1 g/l de anhídrido carbónico,
- agitador magnético,
- ph-metro.

##### Forma de operar

Enfriar la muestra de vino hasta los  $0^{\circ}\text{C}$ , aproximadamente, así como la pipeta de 10 que sirva para la toma de muestra.

Tomar en un vaso de 100 ml, 20 ml de solución 0,1 N de hidróxido de sodio; añadir 2 gotas de solución acuosa de anhídrido carbónico de 1 g por litro. Introducir 10 ml de vino con ayuda de la pipeta enfriada a  $0^{\circ}\text{C}$ .

Poner el vaso en el agitador magnético, colocar el electrodo y la varilla magnética y llevar a cabo una agitación moderada.

Cuando el contenido del vaso haya vuelto a la temperatura ambiente, echar, mediante afusión lenta, la solución 0,1 N de ácido sulfúrico hasta lograr el pH 8,6.

Continuar las afusiones de ácido sulfúrico 0,1 N hasta pH 4,0. Sea  $n$  ml el volumen utilizado entre el pH 8,6 y 4,0.

Por otro lado, eliminar el  $\text{CO}_2$  de 50 ml de vino, aproximadamente, agitando bajo vacío durante tres minutos y calentando el matraz en un baño maría a  $25^{\circ}\text{C}$  aproximadamente.

Aplicar la forma de operar anterior a 10 ml de vino descarbonizado: sea  $n'$  ml el volumen utilizado.

**Cálculo**

1 ml de solución 0,1 N corresponde a 4,4 mg de CO<sub>2</sub>.

La cantidad de CO<sub>2</sub> en gramos por litro de vino se expresa mediante: 0,44 (n-n').

**Observación**

En caso de vinos poco cargados de CO<sub>2</sub> (CO<sub>2</sub> < 1 g/l) no es necesaria la adición de anhídrido carbónico para catalizar la hidratación del CO<sub>2</sub>.

**II. CASO DE VINOS GASEOSOS Y VINOS ESPUMOSOS****Reactivos y material**

- hidróxido de sodio al 50 % (p/p),
- solución 0,1 N de ácido sulfúrico,
- solución de 1 g/l de anhídrido carbónico,
- agitador magnético,
- pH-metro.

**Forma de operar**

Trazar una marca, al nivel del llenado, sobre la botella de vino que deba analizarse y enfriarla hasta el inicio de la congelación.

Dejar que la botella se caliente ligeramente, agitando hasta que desaparezcan los cristales de hielo. Destapar rápidamente y apartar en una probeta graduada 45 a 50 ml de vino que servirán para la determinación testigo. El volumen exacto de esta toma, v ml, se determinará mediante lectura sobre la probeta, cuando el vino haya vuelto a la temperatura ambiente.

Añadir, inmediatamente después de haber efectuado la toma, 20 ml de hidróxido de sodio al 50 % (p/p) en la botella para un contenido de 750 ml.

Esperar a que el vino esté de nuevo a temperatura ambiente.

Colocar en un vaso de 100 ml, 30 ml de agua destilada hervida y 2 gotas de solución de anhídrido carbónico de 1 g/l. Añadir 10 ml de vino alcalinizado.

Poner el vaso en el agitador magnético, colocar el electrodo y la varilla magnética y llevar a cabo una agitación moderada.

Echar, mediante afusión lenta, la solución 0,1 N de ácido sulfúrico hasta lograr el pH 8,6.

Continuar las afusiones de ácido sulfúrico 0,1 N hasta pH 4,0. Sea n ml el volumen utilizado entre pH 8,6 y 4,0.

Por otro lado, eliminar el CO<sub>2</sub> de los v ml de vino apartados para la determinación testigo, agitando bajo vacío durante tres minutos y calentando el matraz en un baño maría a 25 °C aproximadamente. Tomar 10 ml de vino descarbonizado en 30 ml de agua destilada hervida, añadir 1 a 2 gotas de sosa al 50 % para llevar el pH a 10-11. Aplicar después la forma de operar anterior. Sea n' ml de ácido sulfúrico 0,1 N empleados.

**Cálculo**

1 ml de solución 0,1 N corresponde a 4,4 mg de CO<sub>2</sub>.

Vaciar la botella y determinar con una aproximación de 1 ml el volumen inicial de vino, llenándola con agua hasta la marca, sea V ml.

La cantidad de CO<sub>2</sub> en gramos por litro de vino se expresa mediante:

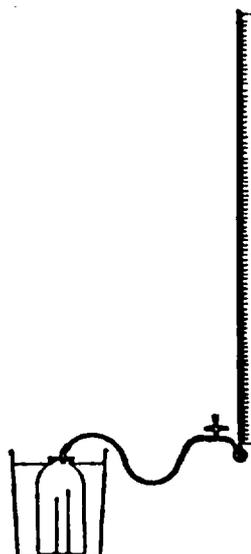
$$0,44 (n - n') \cdot \frac{V - v + 20}{V - v}$$

**22.3. MÉTODO USUAL****Aparato**

1. Manómetro de agua de 1 m de longitud y 1,5 a 2 mm de diámetro interior; la ampolla receptora está provista de una llave que puede ponerse en contacto con la atmósfera. El manómetro se fija a un

soporte vertical que lleva una regla graduada móvil. La ampolla receptora contiene aproximadamente 3 ml de agua. El cero de la regla móvil debe colocarse al nivel del agua en el vástago del manómetro cuando la llave esté abierta.

- Un frasco de 1 l, provisto de un tubo interior de 30 mm de diámetro interno y de 140 mm de altura, que va hasta el fondo del frasco. Este puede taparse herméticamente con un tapón de rosca provisto de un tubo de 4 mm de diámetro interior que permite conectar el frasco con el que se opera al manómetro mediante un tubo de caucho de paredes gruesas de 4 mm de diámetro interior y 60 cm de longitud. La capacidad libre de este frasco es de 994 ml.



Para los vinos espumosos, los vinos y sidras gasificados y la cerveza, utilizar un frasco de 1 l del mismo modelo, sin tubo central. La capacidad libre de este frasco hasta el tubo empotrado en el tapón es de 1 030 ml.

- Un recipiente de 8 a 10 l, con un soporte que mantenga la botella sumergida hasta el cuello. Este recipiente se llena de agua a la temperatura ambiente. Debe determinarse la temperatura del agua con un termómetro graduado de medio en medio grado Celsius.
- Pipetas de 50, de 20, de 10 y de 1 ml con un trazo, cuya tubuladura de desplazamiento sea bastante larga para poder alcanzar el fondo del frasco.

#### Reactivos

— solución de hidróxido sódico al 50 % en peso, de densidad  $d_{20}^{20}$  igual a 1,50—1,54. Esta sosa, cuya preparación debe efectuarse con anticipación, estará exenta de carbonato si es transparente.

Poner una etiqueta roja de «tóxico» en el frasco que contenga esta solución, por ser este producto tóxico y muy caústico. Para aspirar los 30 (o 20) ml establecidos para los productos ricos en gas carbónico, utilizar una pera de aspiración. Para tomar el mililitro de sosa, basta sumergir la pipeta en esta solución. No aspirar nunca con la boca este líquido corrosivo,

— ácido tártrico en cristales bastantes gruesos: de 2 a 4 mm,

— solución de carbonato sódico anhidro puro con 4,73 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  por litro.

Esta solución desprende su volumen de gas carbónico mediante la acción del ácido tártrico en exceso.

#### Forma de operar

##### 1. *Vinos tranquilos* <sup>(1)</sup>

Eliminar, con cuidado, el carbónico de 30 a 50 ml de vino con el vacío de una trompa de agua durante 2 a 3 minutos. A falta de trompa o bomba de vacío, basta con agitar energicamente durante 5 a 10 segundos, 30 a 50 ml de vino en una botella de un litro.

<sup>(1)</sup> En verano, y para los vinos relativamente ricos en gas carbónico, es prudente enfriar hasta 10 °C la botella de la que se vaya a tomar la muestra antes de destaparla.

Pasar este vino a otro frasco de la misma capacidad y volver a empezar la misma operación con una precisión del 2 o 3 %, el vino no contiene ya CO<sub>2</sub>.

Verter algunos mililitros de vino descarbonizado en el frasco con que se opera. Agitar un instante para repartir el vino por las paredes del frasco; escurrir ligeramente y colocar el frasco en un baño de agua después de haberlo tapado. Después de 1 o 2 minutos, se estabiliza el nivel del agua en el manómetro.

Estando abierta la llave del manómetro, introducir en el tubo central unos veinte mililitros de vino descarbonizado, y 50 ml del vino por determinar, sumergiendo la pipeta hasta el fondo del tubo y evitando un vaciado rápido. Volver a tapar, cerrar la llave del manómetro y agitar enérgicamente durante 5 a 10 segundos. Después de 1 o 2 minutos en el baño de agua, agitar durante 2 segundos el frasco y volver a colocarlo en el baño. Leer la sobrepresión *h* cuando el nivel del agua en el manómetro se estabilice. Anotar la temperatura de *t* °C del baño.

*Cálculo:* la altura del agua en el manómetro, en milímetros, debe multiplicarse por el coeficiente *F* para obtener la cantidad de gas carbónico expresada en mililitros de este gas por litro de vino.

Este coeficiente *F* varía de 1,7 a 1,9 en función de la temperatura y de la capacidad del frasco con que se opera. La segunda columna de la tabla I recoge este coeficiente.

Para expresar este contenido en miligramos por litro de vino, debe multiplicarse este resultado por 1,977.

## 2. *Vinos de aguja, espumosos, cerveza, etc.*

Antes de empezar cualquier operación, poner un trazo, en el cuello de la botella de vino espumoso, que indique el nivel del vino en la botella. Enfriar la botella llena y tapada hasta — 4 °C. Inmediatamente después de destaparla, se sacan 30 ml de vino (\*) (se supone que la botella contiene aproximadamente 80 cl de vino). Se introducen inmediatamente 30 ml (\*) de sosa al 50 %. Se vuelve a tapar la botella, dejando el mínimo de cámara de aire, 3 ml aproximadamente. Se agita y se lleva la botella a la temperatura ambiente.

Verter en el frasco con el que se opera, sin el tubo central, 1 ml de sosa al 50 % y 10 ml de vino alcalinizado (caso de vinos espumosos) o 20 ml de vino alcalinizado (caso de vinos de aguja). Tapar el frasco y agitarlo para saturar su atmósfera de vapores hidroalcohólicos. Dejar el frasco en el baño de agua y esperar de 2 a 3 minutos.

Introducir 4 g de ácido tártrico en el frasco, taparlo inmediatamente y cerrar la llave del manómetro. Agitar enérgicamente el frasco para mezclar el vino y el ácido tártrico. El vino se vuelve claro, el gas carbónico se desprende y el agua sube en el manómetro. Se coloca el frasco en el baño de agua durante 1 o 2 minutos, agitar de nuevo el frasco, volverlo a poner en el baño de agua y anotar la sobrepresión *h* en el manómetro cuando el nivel sea constante. Anotar la temperatura de *t* °C del baño de agua.

Después de todas las operaciones, se medirá, con toda exactitud, la cantidad *Q* ml de vino contenido inicialmente en la botella, mediante el trazo que se puso en el cuello antes de tomar la muestra.

*Cálculos:* La cantidad de gas carbónico contenido inicialmente en el vino se obtiene mediante la fórmula:

$$X = \frac{Q}{Q - 30 (*)} \times F \times h \text{ ml CO}_2 \text{ por litro de vino}$$

*Q* es el volumen del vino en la muestra antes de la determinación. *F* es el coeficiente que da la tabla I.

Este procedimiento puede emplearse para valorar el gas carbónico total del agua, de las aguas minerales y de las aguas gasificadas.

Si el frasco de que se dispone no tiene la capacidad prevista en la tercera línea de la tabla I, puede calcularse el factor *F* mediante la fórmula:

$$F = \left( BV + \frac{A}{1 + \alpha t} \right) \frac{1000}{10350 V}$$

Siendo, *B* el coeficiente de solubilidad del gas carbónico en el vino o en el agua indicado en la tabla II, y *V* el volumen de vino introducido en el frasco.

(\*) Volumen que se reduce a 20 ml para los vinos de aguja.

TABLA I  
Coeficiente F

Técnica	1	2	2
Frasco	con tubo central	sin tubo central	sin tubo central
Capacidad del frasco A + V ml	994 ml	1 030 ml	1 030 ml
Naturaleza del líquido analizado	vino tranquilo	vino espumoso	vino de aguja
Volumen del líquido introducido V ml	50 ml	10 ml	20 ml
10 °C	1,86	9,55	4,77
11 °C	1,86	9,51	4,75
12 °C	1,85	9,48	4,73
13 °C	1,84	9,45	4,72
14 °C	1,83	9,42	4,70
15 °C	1,82	9,39	4,68
16 °C	1,81	9,35	4,67
17 °C	1,80	9,32	4,65
18 °C	1,79	9,29	4,64
19 °C	1,78	9,26	4,62
20 °C	1,77	9,23	4,61
21 °C	1,77	9,20	4,60
22 °C	1,76	9,17	4,58
23 °C	1,75	9,14	4,56
24 °C	1,74	9,11	4,55
25 °C	1,73	9,08	4,53
26 °C	1,73	9,04	4,51
27 °C	1,72	9,01	4,50
28 °C	1,71	8,98	4,49
29 °C	1,70	8,95	4,47
30 °C	1,70	8,92	4,46

A es el volumen libre del frasco al que se le ha estado V, y, en el caso de vinos espumosos, 1 ml de la sosa al 50 % y 2,5 ml, volumen de los 4 g de ácido tártrico.

La tabla II (2ª columna) da la relación  $\frac{1}{1 + \alpha t}$

**Nota:**

Mediante esta fórmula se han calculado los elementos de la tabla I válidos para los vinos de 10 a 14 % vol secos o con un contenido en azúcar de menos de 50 g/l, para los vinos tranquilos y también para los vinos espumosos y los vinos gasificados.

**Observación muy importante**

Después de cada determinación, no debe olvidarse de renovar la atmósfera del frasco con el que se opera, llenándolo totalmente de agua, para expulsar el gas carbónico presente.

TABLA II

Coefficiente de solubilidad B del CO<sub>2</sub> en litros de CO<sub>2</sub>, a 0 °C y 760 mm Hg, por litro de agua o de mezclas hidroalcohólicas a la temperatura de t °C

t °C	$\frac{1}{1 + \alpha_t}$	B (1) agua	B (2) 10 % vol	B (2) 12 % vol	B (2) 14 % vol	B (2) 10 % vol + 50 g azúcar/l
10	0,965	1,194	1,10	1,08	1,05	1,03
11	0,961	1,154	1,06	1,04	1,02	1,00
12	0,958	1,117	1,02	1,00	0,98	0,96
13	0,955	1,083	0,99	0,97	0,95	0,92
14	0,951	1,050	0,95	0,93	0,91	0,89
15	0,948	1,019	0,92	0,90	0,88	0,85
16	0,944	0,985	0,88	0,86	0,84	0,82
17	0,941	0,956	0,85	0,83	0,81	0,79
18	0,938	0,928	0,82	0,80	0,78	0,76
19	0,935	0,902	0,79	0,77	0,75	0,73
20	0,932	0,878	0,76	0,74	0,72	0,71
21	0,929	0,847	0,74	0,72	0,70	0,68
22	0,926	0,820	0,71	0,69	0,66	0,66
23	0,923	0,794	0,69	0,67	0,64	0,63
24	0,920	0,770	0,66	0,64	0,62	0,61
25	0,917	0,759	0,64	0,62	0,60	0,59
26	0,913	0,738	0,62	0,60	0,58	0,57
27	0,910	0,718	0,60	0,58	0,56	0,55
28	0,907	0,700	0,58	0,56	0,54	0,53
29	0,904	0,685	0,56	0,54	0,52	0,51
30	0,901	0,665	0,55	0,53	0,51	0,50

(1) Según la tabla de Bohr.

(2) Según la tabla de Agabaliantz.

### Control del método

Es necesario ensayar con la solución valorada de carbonato sódico que, con un exceso de ácido tártrico, desprende su volumen de gas carbónico.

### Precisión del método

Este método da unos resultados, con una aproximación del 3 o 5 %, que es suficiente en la práctica, dado que el gas carbónico se desprende muy fácilmente del vino durante los trasvases, trasiegos, etc.

### Relación entre la presión y la cantidad de anhídrido carbónico con tenido en un vino espumoso

Las relaciones siguientes dan la cantidad de anhídrido carbónico contenido en un vino espumoso:

— en litros de CO<sub>2</sub> por litro de vino: (1 + 0,987 P) (0,86 — 0,01 A) (1 — 0,00144 s)

— en gramos de CO<sub>2</sub> por litro de vino: 1,977 (1 + 0,987 P) (0,86 — 0,01 A) (1 — 0,00144 s)

en las que:

P es la sobre presión de CO<sub>2</sub> en el recipiente, expresada en bares, a 20 °C,

A es el grado alcohólico volumétrico a 20 °C del vino,

s es el contenido del vino en azúcar, expresado en gramos por litro.

*Cálculo*

Sea  $P_t$  la sobrepresión, expresada en bares, determinada a la temperatura  $t$  mediante un aforómetro. Hay que multiplicar  $P_t$  por 0,987 (1 bar = 0,987 atmósfera) y sumar 1 para obtener la presión absoluta a  $t$  °C, es decir  $P_a$ , expresada en atmósferas.

A partir de la tabla incluida a continuación, se calcula  $P_{a20}$ , presión absoluta a 20 °C, expresada en atmósferas.

$P_{a20}$  está relacionada con  $P$ , sobrepresión a 20 °C expresada en bares mediante la relación:  $P_{a20} = 1 + 0,987 P$  a partir de la cual se puede calcular  $P$ .

Las relaciones siguientes dan la cantidad de anhídrido carbónico contenido en un vino espumoso:

- en litros de  $\text{CO}_2$  por litro de vino:  $P_{a20} (0,86 - 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$   
o  $(1 + 0,987 P) (0,86 - 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$
- en gramos de  $\text{CO}_2$  por litro de vino:  $1,977 P_{a20} (0,86 - 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$   
o  $1,977 (1 + 0,987 P) (0,86 - 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$

*Observaciones*

1. Si el aforómetro está graduado en presión absoluta y en atmósferas, la presión medida se multiplica por el coeficiente  $\frac{P_{a20}}{P_a}$ , dado por la tabla incluida a continuación, para llevarla a 20 °C.
2. Si el aforómetro está graduado en sobrepresión expresada en atmósferas, hay que sumar una unidad a la medida antes de hacer la corrección.

En ambos casos, una vez obtenida  $P_{a20}$ , puede calcularse  $P$ , sobrepresión en bares a 20 °C y la cantidad de anhídrido carbónico contenida en el vino, expresada bien en litros de  $\text{CO}_2$ , bien en gramos de  $\text{CO}_2$ , por litro de vino

**Relación entre la presión absoluta  $P_{a20}$  de un vino espumoso a 20 °C y la presión absoluta  $P_a$  a la temperatura  $t$  °C**

$t$ °C	$\frac{P_{a20}}{P_a}$	$t$ °C	$\frac{P_{a20}}{P_a}$	$t$ °C	$\frac{P_{a20}}{P_a}$
— 5	2,44	9	1,50	23	0,90
— 4	2,36	10	1,44	24	0,87
— 3	2,29	11	1,39	25	0,84
— 2	2,21	12	1,34	26	0,81
— 1	2,14	13	1,29	27	0,78
0	2,07	14	1,24	28	0,75
1	2,00	15	1,20	29	0,72
2	1,93	16	1,16	30	0,70
3	1,86	17	1,11	31	0,68
4	1,80	18	1,07	32	0,66
5	1,73	19	1,03	33	0,64
6	1,67	20	1,00	34	0,62
7	1,61	21	0,97	35	0,60
8	1,55	22	0,93		

*Nota:*

Las expresiones citadas anteriormente pueden utilizarse para grados alcohólicos comprendidos entre 10 y 14 % (v/v), y contenidos en azúcares comprendidos entre 0 y 100 g/l. Como los vinos no tienen una composición fija, estas expresiones sólo pueden ser aproximadas, siendo su aproximación del 2 al 3 %.

### 23. ISOTIOCIANATO DE ALILO

#### 23.1. Fundamento del método único

El isotiocianato de alilo, presente, en su caso, en el vino, recuperado por destilación se identifica mediante una técnica de cromatografía en fase gaseosa.

#### 23.2. Reactivos

- etanol para análisis,
- solución estándar: solución alcohólica de isotiocianato de alilo con 1,5 mg/l de principio activo,
- Mezcla refrigerante constituida por etanol y nieve carbónica (temperatura — 60 °C).

#### 23.3. Aparatos

- aparato de destilación por arrastre mediante corriente de nitrógeno según la figura,
- envuelta termógena termoregurable,
- medidor de flujo,
- cromatógrafo de fase gaseosa con detector de espectrómetro de llama, provisto de un filtro selectivo para los compuestos azufrados ( $\lambda = 394 \text{ nm}$ ),
- columna de cromatografía de acero, diámetro interno 3 mm, longitud 3 m; llena de Carbowax 20 M al 10 % sobre cromosorb WHP, 80—100 mesh,
- microjeringa de 10  $\mu\text{l}$ .

#### 23.4. Forma de operar

Tomar 2 l de vino e introducirlos en el matraz de destilación. Echar algunos ml de etanol en los dos tubos de recuperación hasta que se produzca la total inmersión de la parte porosa para la dispersión gaseosa. Enfriar, por la parte exterior, los dos tubos con la mezcla refrigerante. Comunicar el matraz con los dos tubos receptores y comenzar a enviar dentro del aparato una corriente de nitrógeno de 3 l por hora, aproximadamente. Calentar el vino a 80 °C regulando convenientemente la temperatura del recinto termógeno y recuperar en total 45—50 ml de destilado.

Estabilizar el cromatógrafo; es aconsejable tener las condiciones operatorias siguientes:

- temperatura del inyector: 200 °C,
- temperatura de la columna: 130 °C,
- gas portador helio con un caudal de 20 ml por minuto.

Inyectar con la ayuda de la microjeringa una cantidad de solución estándar tal que el pico correspondiente al isotiocianato de alilo pueda ser fácilmente identificado sobre el cromatograma.

Inyectar, de la misma forma, una parte alícuota de destilado y comprobar la correspondencia entre el tiempo de retención del isotiocianato de alilo y el pico obtenido.

En las condiciones indicadas para el ensayo, ningún compuesto natural del vino produce interferencias correspondientes al tiempo de retención de la sustancia investigada.

## Aparato de destilación bajo corriente de nitrógeno

