DISPOSICIONES FINALES

Primera.-Las bases de ejecución para el desarrollo del presente Real Decreto serán establecidas por el FORPPA.

Segunda.-El presente Real Decreto entrará en vigor el día 1 de julio de 1985, finalizando su vigencia el 30 de junio de 1986.

Dado en Madrid a 20 de marzo de 1985.

JUAN CARLOS R.

El Ministro de la Presidencia,
JAVIER MOSCOSO DEL PRADO Y MUÑOZ

**5824** *CORRECCION de errores del Real Decreto 2242/1984, de 26 de septiembre, por el que se aprueba la Reglamentación Técnico-Sanitaria para la Elaboración, Circulación y Comercio de Condimentos y Especias.*

Advertidos errores en el texto del citado Real Decreto, inserto en el «Boletín Oficial del Estado» número 306, de fecha 22 de diciembre de 1984, páginas 36997 a 37003, se transcriben a continuación las oportunas rectificaciones:

Definiciones y clasificaciones. Artículo 2.°, página 36.998, donde dice: «Especie», debe decir: «Especia».

Artículo 5.° Clasificación y denominación de las especias, página 36998, punto 2.2. Cebolla, donde dice: «... pulverizados liofilizados...», debe decir: «... pulverizados o liofilizados...».

Página 36998, artículo 5.°, punto 3.1, Canela, 1.ª variedad, donde dice: «Blume», debe decir: «Breyne».

Página 36998, artículo 5.°, punto 5.6, donde dice: «Cilandro», debe decir: «Cilantro».

Página 36998, artículo 5.°, punto 5.12, Pimienta de Cayetana, al final, donde dice: «B.L.», debe decir: «Bl».

Página 36998, artículo 5.°, punto 5.13, Pimienta de Jamaica, donde dice: «pimienta officinalis», debe decir: «pimenta officinalis».

Página 36998, artículo 5.°, punto 5.15, Vainilla, donde dice: «Vainilla...», debe decir: «Vanilla...».

Página 36998, artículo 5.°, punto 6.7, Mejorana, donde dice: «Origanum mejorana». Mejorana cultivada o de jardín y...», debe decir: «Origanum majorana». L. «Majorana cultivata» o de jardín y...».

Página 36998, artículo 5.°, punto 7.2, Curcuma o cedoaria, al final, donde dice: «Rose», debe decir: «Rosc».

Página 36998, artículo 5.°, punto 7.3, Galanga, donde dice: «Alpinea...», debe decir: «Alpinia...».

Página 36998, artículo 5.°, punto 7.4, Jengibre, donde dice: «Rose», debe decir: «Rosc».

Página 37000, artículo 14, punto 2.1, colorantes, donde dice: «a) Alfa, beta y gamma carotenos», debe decir: «a) Alfa, beta y gamma caroteno».

Título IV, artículo 14, Aditivos, página 37001, punto 2.5, donde dice: «Alginato amónico E 1403», debe decir: «Alginato amónico E 403».

Página 37001, artículo 14, punto 3.1, colorantes, donde dice: «a) Alfa, beta y gamma carotenos», debe decir: «a) Alfa, beta y gamma caroteno».

Página 37002, artículo 18.3, último párrafo, donde dice: «... sin perjuicio de la muestra en conjunto del contenido neto...», debe decir: «... sin perjuicio de que la muestra en conjunto dé el contenido neto...».

Especificaciones complementarias, página 37003, Nuez Moscada, donde dice: «safol», debe decir: «safrol».

**5825** *CORRECCION de errores del Real Decreto 168/1985, de 6 de febrero, por el que se aprueba la Reglamentación Técnico-Sanitaria sobre «Condiciones Generales de Almacenamiento Frigorífico de Alimentos y Productos Alimentarios».*

Advertidos errores en el texto del citado Real Decreto, inserto en el «Boletín Oficial del Estado» número 39, de fecha 14 de febrero de 1985, páginas 3733 a 3737, se transcriben a continuación las oportunas rectificaciones:

Página 3733, artículo 3.°, punto 3.2, segundo párrafo, donde dice: «(1° a 5° C)», debe decir: «(- 1° a - 5° C)».

Página 3734, artículo 3.°, punto 3.20, donde dice: «... de humedad a igual de temperatura...», debe decir: «... de humedad a igualdad de temperatura...».

Página 3737, artículo 6.°, punto 6.6, tercer párrafo, donde dice: «... superficies con los que entre en contacto», debe decir: «... superficies con las que los mismos entren en contacto».

Página 3737, artículo 8.°. Requisitos del personal, donde dice: «... que puedan...», debe decir: «... que pueda...».

Página 3737, artículo 10, primer párrafo, donde dice: «... por lo dispuesto en las disposiciones...», debe decir: «... por lo establecido en las disposiciones...».

Página 3737, artículo 10, segundo párrafo, donde dice: «... si no cuenta...», debe decir: «... si no cuentan...».

**5826** *ORDEN de 3 de abril de 1985 por la que se aprueban los métodos oficiales de análisis de whisky.*

Excelentísimos señores:

Entre las previsiones de la Ley 25/1970, de 2 de diciembre, que aprobó el Estatuto de la Viña, del Vino y de los Alcoholes, establecía su artículo 34, 2, que los aguardientes compuestos, y entre ellos el whisky, serían objeto de reglamentaciones especiales.

Como consecuencia de la anterior previsión fue publicado el Decreto 644/1973, de 29 de marzo, que aprobaba la Reglamentación Especial para la Elaboración, Circulación y Comercio de Whisky, procediendo regular ahora sus correspondientes métodos analíticos.

En la redacción de los Métodos Oficiales de Análisis se ha procurado, dentro de lo posible, su adaptación a los métodos aprobados por los Organismos internacionales especializados en la materia, con el fin de aprovechar la experiencia obtenida de su aplicación.

En su virtud, a propuesta de los Ministerios de Economía y Hacienda, de Industria y Energía, de Agricultura, Pesca y Alimentación, y de Sanidad y Consumo, previo informe preceptivo de la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria y oídos los representantes de las organizaciones profesionales afectadas, esta Presidencia del Gobierno dispone:

Primero.-Se aprueban como oficiales los métodos de análisis para el whisky que se citan en el anejo I.

Segundo.-Cuando no existan métodos oficiales para determinados análisis, y hasta tanto los mismos no sean propuestos por el Organo competente y previalmente informados por la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria, podrán ser utilizados los adoptados por los Organismos nacionales o internacionales de reconocida solvencia.

DISPOSICION DEROGATORIA

Quedan derogadas las disposiciones de igual o inferior rango que se opongan a la presente Orden.

DISPOSICION FINAL

La presente disposición entrará en vigor a los treinta días de su publicación en el «Boletín Oficial del Estado».

Lo que comunico a VV. EE. para su conocimiento y efectos.
Madrid, 3 de abril de 1985.

MOSCOSO DEL PRADO Y MUÑOZ

Excmos. Sres. Ministros de Sanidad y Consumo, de Economía y Hacienda, de Industria y Energía y de Agricultura, Pesca y Alimentación.

## ANEJO I.

### 1. OBTENCION DEL DESTILADO.

1.1. PRINCIPIO.

Destilación de la muestra en condiciones determinadas.

1.2. MATERIAL Y APARATOS.

1.2.1. Matraz de 500 a 1000 ml de capacidad de fondo redondo y boca esmerilada.

1.2.2. Alargadera tipo Kjeldahl o similar.

1.2.3. Refrigerante tipo Dimroth, (20-30 cm de longitud) o similar.

1.2.4. Matraces aforados de 100 y 200 ml de capacidad.

1.2.5. Manta eléctrica o mechero de gas.

1.3. REACTIVOS.

1.3.1. Agua destilada.

1.4. PROCEDIMIENTO.

1.4.1. Muestras con menos de 60% de etanol. Medir 200 ml de muestra en un matraz aforado que antes de enrasar se mantiene en baño de agua a 20°C durante media hora. Enrasar con pipeta, limpiando el interior del cuello del matraz de posibles gotas adheridas con papel de filtro. Debe evitarse que queden burbujas de aire adheridas a las paredes del matraz.

Pasar cuantitativamente el volumen medido al matraz de destilación, lavando tres veces consecutivas el matraz aforado de 200 ml con 20 ml de agua destilada cada vez, añadiendo las aguas de lavado al matraz de destilación. Cuando se trate de bebidas siruposas, por su gran contenido en azúcar, el lavado debe efectuarse consecutivamente con tres porciones de 50 ml de agua destilada.

Proceder a la destilación.

Es conveniente añadir bolitas de vidrio para facilitar la ebullición suave. En algunos casos, si se teme la formación de espuma, añadir un antiespumante inerte (como silicona).

El matraz de recogida del destilado es el mismo en que se efectuó la medida. Se la añaden 10 ml de agua destilada y se dispone ligeramente inclinado, de forma que el destilado resbale por la pared sin salpicadura, dentro de un baño de hielo o agua fría a menos de 10°C. El refrigerante debe ir dotado de una alargadera que penetre por lo menos 4-6 cm en el cuello del matraz.

**Cuando se hayan recogido aproximadamente 190 ml, llevar el matraz tapado al baño de agua a 20°C. Cuando se alcance dicha temperatura, dentro del mismo baño, enrasar con agua destilada mediante pipeta.**

Tapar el matraz e invertirlo varias veces para homogeneizar su contenido, antes de proceder a la determinación del etanol.

1.4.2. Muestras con más de 60% de etanol.

El procedimiento anteriormente descrito, difiere únicamente en que la muestra se mide en matraz aforado de 100 ml, que se lava varias veces con agua hasta alcanzar un volumen de aproximadamente 230 ml. El destilado se recoge en matraz aforado de 200 ml, y se enrasa con agua destilada dentro del baño de agua a 20°C.

1.5. OBSERVACIONES.

1.5.1. El sistema de destilación debe comprobarse en ambos casos como sigue:

Destilar 200 ml de una mezcla hodroalcohólica al 10% en volumen 5 veces sucesivas. Determinar en la última destilación el título alcohométrico del destilado que no debe ser menor de 9,9% en volumen de etanol.

1.5.2. La destilación debe efectuarse procurando que el flujo del destilado sea uniforme.

1.5.3. El tiempo de recogida del destilado estará comprendido entre 45 y 90 minutos.

1.6. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

1.- Instituto Español de Normalización.

UNE 33-112-75.

## 2. FURFUROL.

2.1. PRINCIPIO.

Destilación y posterior medida espectrofotométrica de su absorción a 277 nm.

2.2. MATERIAL Y APARATOS.

2.2.1. Pipetas de doble enrase de 1, 5 y 25 ml.

2.2.2. Matraces aforados de 100, 200 y 500 ml.

2.2.3. Espectrofotómetro ultravioleta visible.

2.2.4. Aparato de destilación por arrastre de vapor, según figura 1.

2.3. REACTIVOS.

2.3.1. Disolución patrón de furfurol de aproximadamente 116 mg/L. Destilar furfurol recogiendo solamente la fracción de punto de ebullición 161,2°C. De este destilado tomar 1 ml, llevarlo a un matraz aforado de 100 ml enrasando con etanol al 95% en volumen. Tomar 5 ml de esta disolución y diluir con alcohol al 50% en volumen en un matraz aforado de 500 ml.

2.3.2. Disoluciones de referencia. A partir de (2.3.1.) obtener disoluciones de 0, 1, 2, 3, 4 y 5 mg/L de furfurol.

2.4. PROCEDIMIENTO.

2.4.1. Preparación de la muestra.

Destilar 25 ml de la muestra en el aparato descrito en (2.2.4.) recogiendo 200 ml.

Si se observa turbidez en el destilado añadir un volumen conocido de etanol de 95°, hasta lograr total limpidez en el destilado.

2.4.2. Determinación.

Leer la absorbancia en el espectrofotómetro a 277 nm, comparando con las lecturas efectuadas a las disoluciones de referencia o bien calculando la absorbancia de una disolución que contenga 1 mg/L de furfurol (valor aproximado 0,15).

2.5. CALCULOS.

El contenido en furfurol se obtiene mediante la fórmula:

$$\text{Furfurol (mg/L)} = \frac{A}{A'} \times F$$

Siendo:

A = Absorbancia de la muestra.

A' = Absorbancia de una disolución que contiene 1 mg/L de furfurol.

F = Factor de dilución.

2.6. OBSERVACIONES.

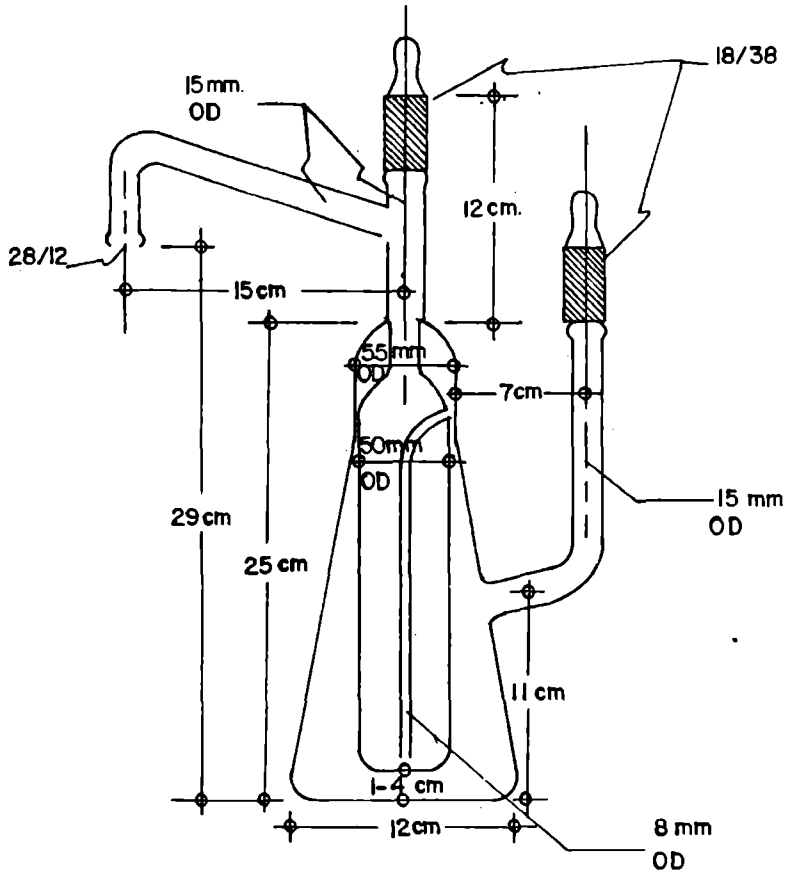
2.6.1. La disolución de referencia se debe preparar inmediatamente antes de efectuar la medida.

2.7. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

1.- Instituto Español de Normalización.

UNE 33-109-74.

FIGURA 2.1.




## 3. EXTRACTO SECO.

### 3.1. PRINCIPIO.

Evaporación de la muestra a 105°C y pesada posterior del residuo.

### 3.2. MATERIAL Y APARATOS.

3.2.1. Estufa de aire regulable de 95° a 105°C.

3.2.2. Cápsulas de platino o cuarzo de fondo plano, de 77 mm de diámetro interno y 18 mm de altura.

3.2.3. Desecador de vidrio que contenga ácido sulfúrico concentrado o gel de sílice como sustancias desecadora.

3.2.4. Baño de agua.

3.2.5. Balanza analítica.

### 3.3. PROCEDIMIENTO.

Medir 25 ml de muestra a 20°C. Evaporar a sequedad, en las cápsulas correspondientes previamente desecadas y taradas, en baño de agua hirviente y mantener en la estufa a 105°C durante 30 minutos.

Dejar enfriar las cápsulas en el interior del desecador y una vez frías pesar en la balanza.

### 3.4. CALCULOS.

El valor del extracto total de la muestra, en gramos por litro, se hallará mediante la fórmula siguiente:

Extracto total (g/l) = (M-m) x 40.

Siendo:

M = Peso, en g, de la cápsula con el extracto seco.

m = Peso, en g, de la cápsula vacia.

### 3.5. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

1.- Instituto Español de Normalización.

UNE 33-106-74.

## 4. ESTERES.

4.1. PRINCIPIO.

Reacción cuantitativa de los ésteres con hidroxilamina en solución alcalina, formación de ácido hidroxámico, acidificación, formación de un complejo coloreado con iones férricos y medida del color desarrollado a 525 nm.

4.2. MATERIAL Y APARATOS.

4.2.1. Espectrofotómetro o colorímetro que permita lecturas a 525 nm.

4.2.2. Tubos de ensayo de longitud 20 cm y diámetro interno 2,5 cm.

4.3. REACTIVOS.

4.3.1. Disolución de clorhidrato de hidroxilamina 2M. Conservar en nevera.

4.3.2. Disolución de hidróxido sódico 3,5N.

4.3.3. Disolución de clorhidrato de hidroxilamina 1M en hidróxido sódico 1,75N: Mezclar, inmediatamente antes de su uso, volúmenes iguales del reactivo (4.3.1.) y (4.3.2.). Desechar a las seis horas.

4.3.4. Disolución de ácido clorhídrico 4N.

4.3.5. Disolución de tricloruro de hierro 0,37 M. Disolver 50 g de $Cl_3Fe.6H_2O$ en unos 400 ml de agua en un matraz aforado de 500 ml. Añadir 12,5 ml de ácido clorhídrico 4N y enrasar con agua.

4.4. PROCEDIMIENTO.

4.4.1. Construcción de la curva patrón.

4.4.1.1. Solución patrón. Pesar 5 g de acetato de etilo y llevar a un litro con alcohol de 50°.

4.4.1.2. Soluciones de 50, 100, 150, 200, 250 y 300 mg/l de acetato de etilo. Tomar de la solución (4.4.1.1.), 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 y 15,0 ml introduciéndolos en matraces de 250 ml de capacidad y completar con alcohol de 50° hasta el enrase.

4.4.1.3. Solución de referencia. Tomar 4 ml de la solución (4.3.3.) y 2 ml de la disolución (4.3.4.) mezclándolas en un tubo de ensayo (4.2.2.). Mezclar y añadir 2 ml de una cualquiera de las soluciones (4.4.1.2.).

**Introducir en una serie de tubos de ensayo (4.2.2.), 2 ml de cada una de las soluciones (4.4.1.2.) y 4 ml de (4.3.3.).**

Agitar y dejar reaccionar entre uno y 20 minutos. Añadir 2 ml de la disolución de ácido clorhídrico 4N y mezclar. Añadir 2 ml de la disolución de $Cl_3Fe$ 0,37M a cada uno de los matraces, tanto al de la solución de referencias como a los de las soluciones (4.4.1.2.).

Efectuar las lecturas colorimétricas a una longitud de onda de 525 nm.

Obtener las gráficas de calibrado mediante la representación de las diferencias de absorción de las soluciones (4.4.1.2.), respecto a la solución de referencia, en función de la concentración de acetato de etilo.

4.4.2. Preparación de la muestra.

Destilar siguiendo el procedimiento descrito en el método oficial nº 1.

4.4.3. Determinación.

Introducir en un tubo (4.2.2.), 2 ml del destilado y 4 ml de disolución de clorhidrato de hidroxilamina (4.3.3.), agitar y dejar reaccionar entre 1 y 20 minutos. Añadir 2 ml de la disolución de ácido clorhídrico (4.3.4.) y mezclar. Añadir 2 ml de la disolución de tricloruro de hierro (4.3.5.).

Efectuar la lectura colorimétrica a 525 nm inmediatamente, tomando como blanco la solución de referencia preparada de la siguiente forma:

Introducir en un tubo (4.2.2.) 4 ml de la disolución de clorhidrato de hidroxilamina (4.3.3.) y 2 ml de la solución de ácido clorhídrico (4.3.4.), mezclar y añadir 2 ml del destilado. Añadir 2 ml de la disolución de tricloruro de hierro (4.3.5.) y mezclar.

4.5. CALCULOS.

A partir de las lecturas obtenidas se halla el contenido en ésteres, expresados en acetato de etilo, mediante las gráficas de calibrado.

4.6. OBSERVACIONES.

4.6.1. El mismo blanco puede ser usado para una serie de muestras de distinto contenido en ésteres, pero de semejante graduación alcohólica.

4.7. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

1.- Association of Official Analytical Chemists. Edición 1975-9053-59.

2.- Instituto Español de Racionalización.
UNE 33-111-77.

## 5. ALCOHOLES SUPERIORES.

### 5.1. PRINCIPIO.

Separación, identificación y cuantificación de los alcoholes superiores al etanol, por cromatografía de gases.

### 5.2. MATERIAL Y APARATOS.

5.2.1. Cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de llama.

5.2.2. Columna cromatográfica.- Columna de 4 m de longitud de 1/8" de diámetro interno rellena de Carbowax 1500 al 15% sobre Chromosorb W 80-100 mallas, lavado a los ácidos.

5.2.3. Microjeringas de 1 µl.

### 5.3. REACTIVOS.

5.3.1. Patrones cromatográficos:

2 - Butanol.

1 - Propanol.

2 - Metil-1-Propanol.

1 - Butanol.

4 - Metil-2-Pentanol (Patrón interno).

2 - Metil-1-Butanol.

3 - Metil-1-Butanol.

5.3.2. Etanol pureza cromatográfica.

### 5.4. PROCEDIMIENTO.

5.4.1. Condiciones cromatográficas.- Las condiciones cromatográficas orientativas son: Gas portador nitrógeno 20 ml/min., temperatura del horno 95°, temperatura del inyector y del detector 150°.

5.4.2. Calibrado.

5.4.2.1. Patrón interno: Solución de 5 g/L en etanol de 40° de 4 metil 2-pentanol.

5.4.2.2. Solución patrón: Preparar una solución en alcohol de 40° en las proporciones que se indican en la Tabla 1.

5.4.2.3. Solución de calibrado: A 10 ml de la solución patrón (5.4.2.2.) se le añade 1 ml de la solución del patrón interno (5.4.2.1.) y se inyecta 1 µlitro en el cromatógrafo.

5.4.3. Muestra problema.- A 10 ml de la muestra llevada a 40° se le añade 1 ml de patrón interno (5.4.2.1.) e inyectar 1 µlitro en las mismas condiciones en que se hizo para el calibrado.

### 5.5. CALCULOS.

Una vez identificados los picos por sus retenciones relativas al patrón interno se calculan los factores de respuesta para cada uno de ellos y las concentraciones en la muestra problema aplicando las fórmulas:

$$\text{Factor de respuesta (Fr)} = Ci \times \frac{Ap}{Ai}$$

$$\text{Concentración en la muestra (mg/L)} = Fr \times \frac{Aim}{Apm} \times f$$

Siendo:

Ci = Concentración del compuesto en la solución patrón.

Ap = Area del patrón interno en la solución patrón.

Ai = Area del compuesto en la solución patrón.

Aim= Area del compuesto en la muestra problema.

Apm= Area del patrón interno en la muestra problema.

f = Factor de dilución de la muestra.

El contenido en alcoholes superiores vendrá dado por la suma de los valores individuales obtenidos de cada uno de ellas y se expresará en mg/100 ml de alcohol absoluto.

### 5.6. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

1.- Association of Official Agricultural Chemists 1980, 9075.

**T A B L A 1.**

| Compuesto | Concentración (mg/L) |
|---|---|
| 2 - Butanol. | 10 |
| 1 - Propanol. | 125 |
| 2 - Metil-1-Propanol. | 175 |
| 1 - Butanol. | 15 |
| 2 - Metil-1-Butanol. | 100 |
| 3 - Metil-1-Butanol. | 300 |

## 6. METANOL.

6.1. PRINCIPIO.

Separación, identificación y cuantificación del metanol por cromatografía gaseosa.

6.2. MATERIAL Y APARATOS.

Como en (5.2.).

6.3. REACTIVOS.

6.3.1. Metanol pureza cromatofráfica.

6.3.2. 4 Metil 2 pentanol.

6.3.3. Etanol pureza cromatográfica.

6.4. PROCEDIMIENTO.

6.4.1. Condiciones Cromatográficas.

Como en (5.4.1.).

6.4.2. Calibrado.

6.4.2.1. Patrón interno.- Como en (5.4.2.1.).

6.4.2.2. Solución patrón.- Preparar una solución de metanol, en etanol a 40°, de concentración similar a la esperada en la muestra.

6.4.2.3. Solución de calibrado.- A 10 ml de la solución patrón (6.4.2.2.) se le añade 1 ml de la solución del patrón interno (6.4.2.1.), y se inyecta 1 µl en el cromatógrafo.

6.4.3. Muestra problema.

Como en (5.4.3.).

6.5. CALCULOS.

Como en (5.5.).

## 7. GRADO ALCOHOLICO.

7.1. PRINCIPIO.

Se determina por destilación del producto y medida de la densidad del destilado por areometría.

Para bebidas con un contenido en extracto seco menor o igual a 600 mg en 100 ml, se efectuará directamente, sin destilación.

7.2. MATERIAL Y APARATOS.

7.2.1. Aparatos de destilación como en (1.2.).

7.2.2. Alcohómetro con graduación de 0,1° de d $\frac{20}{20}$ debidamente contrastado.

7.2.3. Termómetro con graduación de 0,1°C.

7.2.4. Probeta transparente de 36 mm de diámetro interior y 320 mm de altura.

7.2.5. Baño termostático a 20°C.

7.3. PROCEDIMIENTO.

7.3.1. Obtención del destilado.- Según método oficial nº 1 en el caso de bebidas con extracto seco, sea mayor de 600 mg/100 ml.

7.3.2. Determinación areométrica.- Limpiar y secar el alcohómetro antes de su empleo. Dejar que el alcohómetro, termómetro, probeta y muestra, alcancen en el baño termostatizado la temperatura de 20°C.

Aclarar 2 ó 3 veces con la muestra la probeta que contiene el termómetro. Echar la muestra en la probeta hasta un volumen conveniente, inclinarla unos 45° para evitar la agitación y las burbujas (al introducir luego el alcohómetro, el nivel del líquido debe estar justo por debajo del borde de la probeta). Tapar la probeta con la palma de la mano, e invertirla 3 ó 4 veces para igualar las temperaturas de la probeta y del líquido. Secar el líquido de la parte exterior de la probeta (no poner las manos sobre la probeta para no calentar el líquido contenido).

Introducir el alcohómetro en el líquido de arriba a abajo 5 ó 6 veces, de manera que alcance la misma temperatura y que se distribuya cualquier cambio de temperatura en todo el líquido. Mantener el bulbo del alcohómetro en el líquido, secar el vástago, dejarlo en reposo de modo que sólo unas pocas décimas de grados estén mojadas.

Leer en el alcohómetro, luego en el termómetro. Para leer en la escala del alcohómetro situar el ojo justo debajo del plano de la superficie del líquido, levantar lentamente la cabeza manteniendo la visual perpendicular al alcohómetro, hasta que la superficie varíe de elipse a una línea recta.

Anotar el punto en que esta linea intersecciona con la escala del alcohómetro, siendo ésta la lectura del alcohómetro.

Levantarlo ligeramente por encima de dicha lectura y dejarlo en reposo de nuevo. Volver a leer en el alcohómetro y en el termómetro, comprobando así las primeras lecturas. Hacer la lectura del alcohómetro con aproximación de 0,05° y la del termómetro con 0,1°. Sacar el alcohómetro y secarlo. Invertir la probeta con la muestra varias veces para que se equilibre térmicamente todo el conjunto. Volver a atemperar el alcohómetro, secar el vástago y realizar nuevas lecturas en el alcohómetro y en el termómetro. Los valores calculados son válidos si tienen aproximación de 0,1 grado alcohólico, si no fuera así, realizar lecturas adicionales y calcular la media.

7.4. CALCULOS.

7.4.1. Muestras con extracto seco mayor de 600 mg en 100 ml:

El grado alcohólico real es el leido en el destilado obtenido según (7.3.1.).

Si en la obtención del destilado, 100 ml de muestra se destilaron hasta 200 ml, la lectura obtenida, debe ser multiplicada por 2.

7.4.2. Muestras con extracto seco menor o igual a 600 mg en 100 ml:

Para obtener el grado alcohólico real, adicionar al grado alcohólico aparente (leido directamente en la muestra sin destilar) 0,2 grados alcohólicos por cada 100 mg de extracto/100 ml .

7.5. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

1.- Association of Official Analytical Chemist. Edición 1980-9015-9.

## 8. ALDEHIDOS.

8.1. PRINCIPIO.

Reacción de los aldehidos con bisulfito de sodio. Oxidación del ácido sulfuroso con yodo y valoración del exceso de yodo con tiosulfato de sodio.

8.2. MATERIAL Y APARATOS.

8.2.1. Bureta de 25 ml graduada en décimas de mililitro.

8.3. REACTIVOS.

8.3.1. Disolución de tiosulfato de sodio 0,05N.

8.3.2. Disolución de yodo 0.05N.

8.3.3. Disolución de bisulfito de sodio 0.05N.

8.4. PROCEDIMIENTO.

Poner 100 ml del destilado (obtenido según Método Oficial 1) en un matraz de 500 ml. Añadir 100 ml de agua destilada y un exceso de la disolución (8.3.3.) calculado de modo que equivalga por lo menos a 25 ml de la disolución de yodo.

Dejar el matraz, bien tapado, durante 30 minutos agitando de vez en cuando.

Añadir 50 ml de la disolución de yodo (8.3.2.). Valorar el exceso de yodo añadido con la disolución de tiosulfato de sodio (8.3.1.), hasta decoloración completa.

Debe hacerse simultaneamente un ensayo en blanco, para comprobar en cada serie de ensayos la estabilidad de las disoluciones de yodo y tiosulfato por ser tan diluidas.

8.5. CALCULOS.

El contenido en aldehidos, expresado como acetaldehido, vendrá dado por la siguiente fórmula:

$$\text{Aldehidos (mg/100 ml de alcohol absoluto)} = (V_2 - V_1) \times \frac{1{,}1 \times 100}{A}$$

Siendo:

$V_1$ = Volumen, en ml, de tiosulfato de sodio gastado en la muestra.

$V_2$ = Volumen, en ml, de tiosulfato de sodio gastado en el blanco.

A = Grado alcohólico.

8.6. OBSERVACIONES.

8.6.1. La disolución de bisulfito de sodio tiene mayor tiempo de estabilidad si se le añade un 10 por 100 de alcohol. En cualquier caso esta solución es estable como máximo una semana.

8.7. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

1.- Association of Official Agricultural Chamists 1980-9052.

2.- Instituto Español de Normalización. - UNE 33-107-74.

## 9. ACIDEZ VOLATIL.

9.1. PRINCIPIO.

Se define convencionalmente como la diferencia entre los valores de la acidez total y fija, expresadas ambas en mg de ácido acético por 100 ml de alcohol absoluto.

9.2. MATERIAL Y APARATOS.

9.2.1. Bureta de 10 ml graduada en décimas.

9.2.2. pH-metro.

9.2.3. Cápsulas de platino o porcelana.

9.3. REACTIVOS.

9.3.1. Disolución de hidróxido de sodio 0,01 N.

9.3.2. Etanol.

9.4. PROCEDIMIENTO.

9.4.1. Acidez total.

Valorar 50 ml de la muestra con la disolución de NaOH (9.3.1.), a pH 8,2 utilizando el pH metro.

9.4.2. Acidez fija.

Evaporar, al baño maría, en una cápsula (9.2.3.), 50 ml de la muestra, desecarla a 100 C durante 30 minutos. Disolver y trasferir el residuo con varias porciones de alcohol (llevando previamente a pH 8,2) de una graduación similar a la muestra usando 50 ml de alcohol en total.

Valorar con la disolución de hidróxido de sodio (9.3.1.), a pH= 8,2 utilizando el pH metro.

9.5. CALCULOS.

9.5.1. Acidez total (en mg/100 ml de alcohol absoluto)= $\frac{V_1 \times 1,2 \times 100}{A}$

Siendo:

$V_1$ = Volumen, en ml de NaOH empleados en (9.4.1.).

A = Grado alcohólico de la muestra.

9.5.2. Acidez fija (en mg/100 ml de alcohol absoluto) = $\frac{V_2 \times 1,2 \times 100}{A}$

Siendo:

$V_2$ = Volumen, en ml, de NaOH empleados en (9.4.2.).

A = Grado alcohólico de la muestra.

9.5.3. El valor de la acidez volatil, expresado en mg de ácido acético por 100 ml de alcohol absoluto, vendrá dado por la fórmula:

Acidez volatil = Acidez total - Acidez fija.

9.6. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

1. Association of Official Analytical Chemists. Edición 1980. 9046-9048

## 10. CENIZAS (Materia mineral total).

10.1. PRINCIPIO.

Se denominan cenizas de un whisky, el conjunto de los productos de incineración del residuo de evaporación de un volumen conocido del whisky.

10.2. MATERIAL Y APARATOS.

10.2.1. Horno eléctrico regulable.

10.2.2. Baño de agua y baño de arena.

10.2.3. Lámpara de infrarrojo.

10.2.4. Cápsula de platino o de cuarzo de 77 mm de diámetro interno y 18 mm de altura, fondo plano.

10.2.5. Balanza analítica.

10.3. PROCEDIMIENTO.

Colocar 25 ml de whisky en una cápsula tarada en balanza que aprecie 1/10 de mg. Evaporar con precaución en baño de agua hasta consistencia siruposa, continuar el calentamiento sobre baño de arena con moderación y durante una media hora. Es conveniente ayudar a la evaporación con la aplicación de rayos infrarrojos hasta carbonización. Cuando ya no se desprendan vapores, llevar la cápsula al horno eléctrico a 525 +- 25°C y con aireación continua.

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

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

Después de enfriar en el desecador, pesar la cápsula con las cenizas.

10.4. CALCULOS.

El contenido en cenizas vendrá dado por la siguiente fórmula:

Cenizas (g/L) = 40 x P

Siendo:

P = Peso, en gramos, de las cenizas contenidas en 25 ml de whisky.

10.5. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

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

2.- Métodos Oficiales de Análisis de Vinos. Ministerio de Agricultura, 1971, pág. 66.

## 11. PLOMO.

11.1. PRINCIPIO.

Determinación del plomo por A.A., previa mineralización de la muestra.

11.2. MATERIAL Y APARATOS.

11.2.1. Espectrofotómetro de A.A.

11.2.2. Lámpara de plomo.

11.2.3. Cápsulas de platino, cuarzo o similar.

11.2.4. Baño de arena o placa calefactora con regulación de temperatura o estufa con control de temperatura en el rango de 50 a 150°C.

11.2.5. Mufla. Conveniente tenerla dentro de vitrina de extracción de humos.

11.2.6. Matraces de 10, 100 y 1000 ml de capacidad.

11.3. REACTIVOS.

11.3.1. Acido sulfúrico del 96 por 100 (d = 1,835).

11.3.2. Acido nítrico del 70% (d = 1,413).

11.3.3. Acido nítrico al 1% en agua destilada (v/v).

11.3.4. Solución patrón de 1000 mg de Pb/L. Disolver 1,598 g de $(NO_3)_2$ Pb enrasando a 1000 ml con ácido nítrico al 1%.

11.4. PROCEDIMIENTO.

11.4.1. Preparación de la muestra.- Poner 100 ml de la muestra en la cápsula (11.2.3.) llevarla a evaporación hasta consistencia siruposa en baño de arena (11.2.4.). Añadir a continuación 2 ml de ácido sulfúrico y carbonizar el residuo en el baño de arena o placa. Seguidamente introducir la cápsula en la mufla y mantenerla durante dos horas a 450°C, transcurrido dicho tiempo, sacarla y dejarla enfriar.

Añadir 1 ml de agua destilada, evaporar en el baño de arena o placa e introducir en la mufla, repitiendo esta operación hasta obtener cenizas blancas. Un ligero color marrón-rojizo en las cenizas (posiblemente de $Fe_2O_3$) es aceptado y no requiere un tratamiento posterior.

Disolver a continuación las cenizas con 1 ml de ácido nítrico concentrado y 2 ml de agua destilada. Llevar la solución a un matraz de 10 ml, lavar la cápsula con agua destilada y añadir las aguas de lavado hasta el enrase, filtrando posteriormente.

11.4.2. Construcción de la curva patrón.- Diluir alicuotas apropiadas de la solución patrón (11.3.4.) con ácido nítrico al 1% (V/V) para obtener una curva de concentraciones 2, 4, 6, 8 y 10 mg/L

11.4.3. Determinación.- Operar según las especificaciones del aparato; usando llama de aire-acetileno. Medir las obsorbancias de la muestra y patrones a 283 nm. Si la solución está muy concentrada diluirla con ácido nítrico al 1%.

11.5. CALCULOS.

Calcular el contenido en plomo, expresado en mg/l mediante comparación con la correspondiente curva patrón y teniendo en cuenta el factor de concentración o dilución.

11.6. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

1.- Métodos Oficiales de Análisis de Vinos. Ministerio de Agricultura, pág. 134 (I), 1976.

## 12. CINC.

12.1. PRINCIPIO.

Determinación del cinc por A.A. previa mineralización de la muestra.

12.2. MATERIAL Y APARATOS.

12.2.1. Espectrofotómetro de A.A.

12.2.2. Lámpara de Cinc.

12.2.3. Los utilizados para el Pb en (11.2.3.), (11.2.4.), (11.2.5.) y (11.2.6.).

12.3. REACTIVOS.

12.3.1. Los utilizados para el plomo en (11.3.1), (11.3.2) y (11.3.3).

12.3.2. Solución patrón de 1000 mg de Zn/L. Disolver 1,000 g de Zn puro en el mínimo volumen necesario de ácido nítrico (1:1) y diluir a 1 litro con ácido nítrico del 1% (V/V).

12.4. PROCEDIMIENTO.

12.4.1. Preparación de la muestra.- Como en (11.4.1.).

12.4.2. Construcción de la curva patrón.- Diluir partes alicuotas de la solución patrón (12.3.2.), con ácido nítrico al 1% para obtener soluciones de 0,5; 1; 1,5 y 2 mg/L.

12.4.3. Determinación.- Igual que para el Plomo. La lectura se efectuará a 213,8 nm.

12.5. CALCULOS.

Partiendo de los valores de absorbancias obtenidos, hallar las concentraciones de Zn para la muestra, teniendo en cuenta el factor concentración o dilución.

12.6. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

1 - H.E. PARKER. Atomic Absorption Newsletter (1963), 13.

## 13. COBRE.

**13.1.** PRINCIPIO.

Determinación del cobre por A.A., mineralización por cenizas a $\leq$450°C y concentración previa a la lectura con objeto de conseguir resultados suficientemente precisos.

**13.2.** MATERIAL Y APARATOS.

13.2.1. Espectrofotómetro de A.A.

13.2.2. Lámpara de cobre.

13.2.3. Los utilizados para el plomo, en (11.2.3), (11.2.4), (11.2.5) y (11.2.6).

**13.3.** REACTIVOS.

13.3.1. Los utilizados para el plomo en (11.3.1), (11.3.2) y (11.3.3).

13.3.2. Solución patrón de 1000 mg de Cu/L. Disolver 1,000 g de Cu puro en el mínimo volumen necesario de $NO_3H$ (1:1), y diluir a 1 litro con ácido Nítrico del 1% (V/V).

**13.4.** PROCEDIMIENTO.

13.4.1. Preparación de la muestra.- Como en (11.4.1.).

13.4.2. Construcción de la curva patrón.- Diluir partes alicuotas de la solución patrón (13.3.2.) con ácido nítrico del 1%, para obtener soluciones que contengan de 1 a 5 mg de Cu/L.

13.4.3. Determinación.- Igual que para el plomo. Medir a 324,7 nm.

**13.5.** CALCULOS.

Partiendo de los valores de absorbancia obtenidos para la muestra, hallar mediante la curva patrón las concentraciones de cobre de la muestra.

**13.6.** REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

1 - H. E. PARKER: "Atomic Absorption Newsletter (1963), 13".

2 - F. ROUSSELET: "Spectrophotometrie par absorption atomique Boudin" Ed. París (1968), pág. 59-144.

## 14. ARSENICO.

**14.1.** PRINCIPIO.

La muestra se somete a una digestión ácida con una mezcla de ácido nítrico y sulfúrico.

La determinación del Arsénico se realiza por espectrofotometría de absorción atómica, con generador de hidruros.

**14.2.** MATERIAL Y APARATOS.

14.2.1. Balanzas con exactitud de 0,001 g de 0,1 g.

14.2.2. Matraces aforados de 50 y 100 ml de capacidad.

14.2.3. Pipetas de doble aforo.

14.2.4. Matraces Kjeldahl de 250 ml.

14.2.5. Espectrofotómetro de absorción atómica equipado con sistema generador de hidruros.

14.2.6. Lámpara de descarga sin electrodos.

14.2.7. Fuente de alimentación para lámpara de descarga sin electrodos.

14.2.8. Registro gráfico.

**14.3.** REACTIVOS.

Se utilizan solamente reactivos de grado de pureza para análisis y agua destilada.

14.3.1. Acido Clorhídrico (d = 1,19 g/ml).

14.3.2. Disolución de ácido clorhídrico 32% V/V.

Disolver 32 ml de ácido clorhídrico (d = 1,19 g/ml) con agua destilada hasta un volumen de 100 ml.

14.3.3. Disolución de ácido clorhídrico 1,5% V/V.

Disolver 15 ml de ácido clorhídrico (d = 1,19 g/ml) con agua destilada hasta un volumen de 1000 ml.

14.3.4. Acido Nítrico (d = 1,40).

14.3.5. Acido Sulfúrico (d = 1,84).

14.3.6. Disolución de Hidrósido de sodio al 1%.

Pesar 1 g de hidróxido de sodio y disolverlo con agua destilada hasta un volumen de 100 ml.

14.3.7. Disolución de borohidruro de sodio al 3%.

Pesar tres gramos de borohidruro de sodio y disolverlo hasta 100 ml con hidróxido de sodio al 1%.

14.3.8. Disolución de tritiplex III al 1%.

Pesar un gramo de tritiplex III y disolverlo hasta 100 ml con agua destilada.

14.3.9. Disolución de hidróxido de potasio al 20%.

Pesar 20 g de hidróxido de potasio y disolverlo con agua destilada hasta un volumen de 100 ml.

14.3.10. Disolución de ácido sulfúrico al 20: (V/V).

Diluir 20 ml de ácido sulfúrico (14.3.5.) con agua destilada hastaun volumen de 100 ml.

14.3.11. Disolución de ácido sulfúrico al 1% (V/V).

Diluir 1 ml de ácido sulfúrico (14.3.5.) con agua destilada hasta un volumen de 100 ml.

14.3.12. Solución patrón de arsénico de concentración 1 g/l.

Disolver 0,132 g de trióxido de arsénico en 2,5 ml de hidróxido de potasio al 20% (14.3.9.), neutralizar con ácido sulfúrico al 20% (14.3.10.), diluir hasta 100 ml con ácido sulfúrico 1% (14.3.11.).

14.3.13. Solución patrón de arsénico de concentración 10 mg/l.

Pipetear 1 ml de la solución patrón de arsénico (14.3.12.), en un matraz aforado de 100 ml. Diluir hasta el enrase con agua destilada.

14.3.14. Solución patrón de arsénico de concentración 0,1 mg/l.

Pipetear 1 ml de la solución de arsénico (14.3.13.), en un matraz aforado de 100 ml. Diluir hasta el enrase con agua destilada.

14.4. PROCEDIMIENTO.

14.4.1. Preparación de la muestra.

En un matraz Kjeldahl, de 250 ml introducir 10 ml de muestra con 20 ml de ácido nítrico (14.3.4.), y 5 ml de ácido sulfúrico (14.3.5.).

Llevar a ebullición hasta reducir el volumen a 5 ml.

Dejar enfriar y disolver con agua destilada en un matraz de 50 ml la solución resultante.

14.4.2. Preparación del blanco y patrones de trabajo.

En un matraz Kjeldahl, introducir 5 ml de la solución de arsénico (14.3.14.), y someterlo al mismo tratamiento que la muestra.

1 ml de la solución contiene 10 nanogramos de arsénico.

Preparar un blanco con todos los reactivos utilizados siguiendo el tratamiento dado a la muestra.

14.4.3. Condiciones del espectrofotómetro.

Encender la fuente de alimentación de las lámparas de descarga sin electrodos con el tiempo suficiente para que se estabilice la energía de la lámpara.

Encender el espectrofotómetro, ajustar la lungitud de onda a 193,7 nm, colocando la rejilla de acuerdo con las condiciones del aparato.

Encender el generador de hidruros, colocando la temperatura de la celda a 900°C, esperando hasta que se alcanza dicha temperatura.

Se ajustan las condiciones del generador de hidruros según las especificaciones del aparato.

Ajustar el flujo de Argón de acuerdo con las características del aparato.

Encender el registrador.

14.4.4. Determinación.

Las determinaciones de la concentración de Arsénico se realizan por el método de adición de patrones, por medio de medidas duplicadas en el espectrofotómetro en las condiciones especificadas en (14.4.3.), añadiendo al matraz de reacción 3 ml de la solución (14.4.1.), más 3 ml de la solución (14.3.2.), y 10 ml de la solución (14.3.8.). Como patrones internos se usan 10, 20 y 50 ng de As.

Lavar los matraces antes y después de cada uso, con ácido clorhídrico 1,5% (14.3.3.).

Al construir la gráfica de adición hay que descontar el valor de absorbancia del blanco obtenido en las mismas condiciones anteriores, pero añadiendo 3 ml de la solución blanco.

En estas condiciones el límite de detección de la técnica es de 5 ng.