3.9. PRESUPUESTO DEL CENTRO DE GASTO: 38.96

DENOMINACION: A.C.T.E. Sta. C. Tenerife
PROVINCIA: SANTA CRUZ DE TENERIFE

A.ECONOMICA	DENOMINACION	IMPORTE pts.
32-1410	Remuneraciones en especie	--
32-1610	Personal en régimen laboral	25.998.361
32-2110	Material de oficina no inventariable	805.717
32-2120	Vestuario y Uniformes	207.502
32-2210	Alquileres	55.671
32-2220	Conserv. y reparac. ordinaria Inmuebles	624.532
32-2230	Limpieza, calefacción, ventilación y otros	6.441.684
32-2310	Transportes	78.952
32-2320	Comunicaciones	880.619
32-2410	Dietas, locomoción y traslados	1.098.245
32-2520	Material específico fungible	571.643
32-2530	Utensilios de cocina y comedor	37.452
32-2540	Lencería y vestuario	56.721
32-2550	Pequeño utillaje y Material no fungible	--
32-2560	Víveres	--
32-2580	Otros gastos especiales	6.322.672
32-2610	Conserv. y reparac. ordinaria Instalaciones	548.615
32-2710	Conserv. y reparac. ord. Mobil. y Equipo	537.735
32-2910	Dotación utensilios de cocina y comedor	--
32-2920	Dotación de lencería	--
32-2930	Dotac. pequeño utillaje y Mat. no fungible	--
32-4874	Prestaciones sociales	5.515.560
32-5210	Amortización de Inmuebles	409.000
32-5310	Amortización de Instalaciones	4.697.000
32-5410	Amortizac. Mob., Vehíc. y Mat. inventariable	--
	TOTAL.....	[illegible]

3.10. PRESUPUESTO DEL CENTRO DE GASTO: 38.97

DENOMINACION: D.P. Santa Cruz de Tenerife
PROVINCIA: SANTA CRUZ DE TENERIFE

A.ECONOMICA	DENOMINACION	IMPORTE pts
31-2110	Material de oficina no inventariable	470.640
31-4310	Transferencias a Entes Territoriales	4.124.520
31-4710	Transf. a Instituciones sin fin de lucro	20.520.000
31-4873	Ayudas para recup. minusv. ps., fis. Y sens.	29.451.600
41-2110	Material de oficina no inventariable	269.240
41-2120	Vestuario y uniformes	57.240
41-2210	Alquileres	--
41-2220	Conserv. y reparac. ordinaria Inmuebles	57.240
41-2230	Limpieza, calefaccion, ventilacion y otros	400.680
41-2310	Transportes	27.560
41-2320	Comunicaciones	686.880
41-2410	Dietas, locomocion y traslados	228.960
41-2510	Informes, dictámenes y honor. profesionales	--
41-2540	Reproducción	--
41-2590	Otros gastos especiales	214.120
41-2610	Conserv. y reparac. ordinaria Instalaciones	57.240
41-2710	Conserv. y reparac. ord. Mobil. y Equipo	57.240
41-5220	Amortización Inmuebles	--
41-5320	Amortización Instalaciones	--
41-5420	Amort. Mobil. Vehíc. y Material invent.	--
	TOTAL.....	56.623.160

3.11. CREDITOS POR INVERSIONES NUEVAS

Seguidamente se consignan los créditos por inversiones nuevas destinados a los Centros que se citan y sobre los que no se han iniciado acciones de obras o dotación.

Las inversiones en curso que, de acuerdo con el Real Decreto tengan carácter de transferibles, serán realizadas por los Servicios Centrales del Instituo y, una vez ultimadas, se transferirán a la Comunidad Autonoma.

CLAVE	CENTRO	A.ECONOMICA	IMPORTE/PTA
38.90	C.O. La Laguna	31-611	13.200 000.
38.90	C.O. La Laguna	31-612	3.749.000.

3.12 CREDITOS CORRESPONDIENTES A PERSONAL DE LOS SERVICIOS CENTRALES QUE SE TRANSFIEREN A LA COMUNIDAD AUTONOMA DE CANARIAS

El porcentaje de transferibilidad de los Servicios Centrales es del 51%. La Comunidad Autónoma de CANARIAS participará en los costes centrales correspondientes en un 3,07%.

La citada evaluación, en tanto no se produzca la obligada ordenación administrativa de los Servicios Centrales del INSERSO, no implicará transferencia de crédito, excepto en la parte que corresponde a las vacantes y personal que ahora se transfiere, por lo que se traspasa a la Comunidad Autónoma CANARIA la cantidad de pesetas 5.660.394, según se detalla seguidamente.

VALORACION DE LOS CREDITOS CORRESPONDIENTES A LOS SERVICIOS CENTRALES

Aplicación Económica	Porcentaje
112-1	1.333.793
112-2	484.875
112-3	248.241
112-4	238.914
112-5	168.865
125-1	1.607.028
125-3	69.723
125-9	192.848
181	1.068.897
193	263.970
TOTAL.....	5.660.394

22025 *ORDEN de 15 de octubre de 1985 por la que se aprueban los métodos oficiales de análisis del ron.*

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 en su artículo 34.2 que los aguardientes compuestos, y entre ellos el ron, serían objeto de reglamentaciones especiales.

Como consecuencia de la anterior previsión, fue publicado el Decreto 1228/1975, de 5 de junio, que aprobaba la Reglamentación Especial para la Elaboración, Circulación y Comercio del Ron, procediendo regular ahora sus correspondientes métodos analíticos.

En la redacción de los métodos oficiales de análisis se ha procurado, dentro de lo posible y siguiendo las directrices establecidas en el artículo noveno del Real Decreto 1908/1984, de 26 de septiembre, 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 afectadas, esta Presidencia del Gobierno dispone:

Primero.–Se aprueban como oficiales los métodos de análisis para el ron que se citan en el anexo I.

Segundo.–Cuando no existan métodos oficiales para determinados análisis, y hasta tanto los mismos no sean propuestos por el Organo competente y previamente informados por la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria, podrán ser utilizados los aprobados 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, 15 de octubre de 1985.

MOSCOSO DEL PRADO Y MUÑOZ

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

ANEXO I

1. Obtención del destilado.
2. Furfurol.
3. Extracto seco reducido.
4. Esteres.
5. Alcoholes superiores.
6. Metanol.
7. Grado alcohólico.
8. Aldehídos.
9. Acidez volátil.
10. Azúcares reductores.
11. Plomo.
12. Cinc.
13. Cobre.
14. Arsénico.
15. Sacarosa.

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 1.000 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 del 60 por 100 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 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 le 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 del 60 por 100 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 hidroalcohólica al 10 por 100 en volumen cinco veces sucesivas. Determinar en la última destilación el título alcohométrico del destilado, que no debe ser menor del 9,9 por 100 en el 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 cuarenta y cinco y noventa minutos.

1.6 *Referencias bibliográficas.*

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 aforadas 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 por 100 en volumen. Tomar 5 ml de esta disolución y diluir con alcohol al 50 por 100 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.

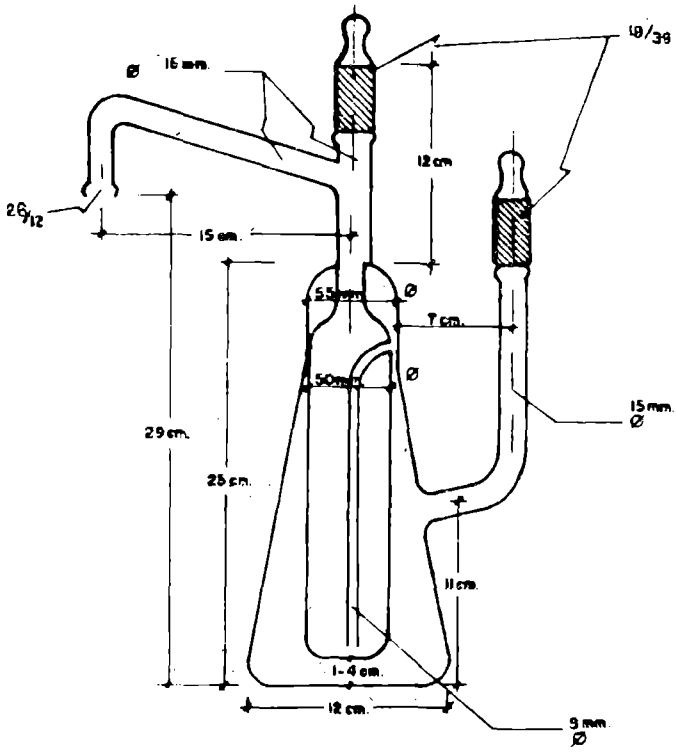
2.4 *Procedimiento.*

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.

FIGURA 2.1



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 *Cálculos.*

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 bibliográficas.*

1. Instituto Español de Normalización. UNE 33-109-74.

3. EXTRACTO SECO REDUCIDO

3.1 *Principio.*–Evaporación de la muestra a 105 °C y pesada posterior del residuo, y aplicación de una fórmula empírica.

3.2 *Material y aparatos.*

3.2.1 Estufa de aire regulable de 95 °C a 105 °C.
3.2.2 Crisoles de platino o cuarzo de fondo plano, de 77 milímetros de diámetro interno y 18 milímetros de altura.
3.2.3 Desecador de vidrio que contenga ácido sulfúrico concentrado o gel de sílice como sustancia desecadora.
3.2.4 Baño de agua.
3.2.5 Balanza analítica.

3.3 *Procedimiento.*–Medir 25 mililitros de muestra a 20 °C. Evaporar a sequedad, en las cápsulas correspondientes previamente desecadas y taradas, en baño de agua hirviente y mantener la estufa a 105 °C, durante treinta minutos.
Dejar enfriar las cápsulas en el interior del desecador y una vez frías pesar en la balanza de precisión.

3.4 *Cálculos.*–El valor del extracto total de la muestra, en gramos por litro, se hallará mediante la fórmula siguiente:

Extracto total (g/l) = (M – m) × 40.

Siendo:

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

–El extracto seco reducido se calcula mediante la fórmula siguiente:

– Extracto seco reducido = ESR en (g/l).
– Extracto seco total = EST en (g/l).
– Azúcares totales = AT en (g/l) = Sacarosa + Azúcares reductores.

ESR = EST – AT.

3.5 *Referencias bibliográficas.*

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 lectura 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 0,37M. 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 veinte minutos. Añadir 2 ml de la disolución de ácido clorhídrico 4N y mezclar. Añadir 2 ml de la disolución 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 número 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 uno y veinte 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 *Cálculos.*–A partir de las lecturas obtenidas se halla el contenido en ésteres, expresados en mg de acetato de etilo por 100 ml de alcohol absoluto, 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 bibliográficas.*

1. Association of Official Analytical Chemists. Edición 1975-9053-59.
2. Instituo Español de Normalización. 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 por 100 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 85 °C, temperatura del inyector y del detector 150 °C.

5.4.2 Calibrado.

5.4.2.1 Patrón interno: Solución de 5 g/l en etanol de 40 ° 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 patrón interno (5.4.2.1) y se inyecta 1 μ litro 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 un litro en las mismas condiciones en que se hizo para el calibrado.

5.5 *Cálculos.*–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 ellos y se expresará en mg/100 ml de alcohol absoluto.

5.6 *Referencias bibliográficas.*

1. Association of Official Agricultural Chemists 1980, 9075.

TABLA 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 cromatográfica.
6.3.2 Cuatro 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 μ l en el cromatógrafo.

6.4.3 Muestra problema.–Como en 5.4.3.

6.5 *Cálculos.*–Como en 5.5.

6.6 *Referencias.*–Como en 5.6.

7. GRADO ALCOHOLICO

7.1 *Principio.*–Se determina por destilación del producto y medida de la densidad del destilado por areometría.

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_{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 número 1.

7.3.2 Determinación areométrica.–Limpiar y secar el alcohómetro antes de su empleo.

Echar el destilado en la probeta, inclinarla unos 45° para evitar la agitación y las burbujas. 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.

Dejar que el alcohómetro, termómetro, probeta y destilado, alcance en el baño termostatizado la temperatura de 20° C.

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 línea 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 (el termómetro queda en su sitio), 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 *Cálculos.*–El grado alcohólico real es el leído 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.

7.5 *Referencias bibliográficas.*

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

8. ALDEHIDOS

8.1 *Principio.*–Reacción de los aldehídos 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 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 treinta minutos, agitando de vez en vez.

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 simultáneamente 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 *Cálculos.*-El contenido en aldehídos, expresado como acetaldehído, vendrá dado por la siguiente fórmula:

Aldehídos (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 bibliográficas.*

1. Association of Official Agricultural Chemists 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 treinta 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 *Cálculo.*

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 volátil, expresado en mg de ácido acético por 100 ml de alcohol absoluto, vendrá dado por la fórmula:

Acidez volátil = acidez total - acidez fija

9.6 *Referencias bibliográficas.*

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

10. AZUCARES REDUCTORES

10.1 *Principio.*-Eliminación previa de todas las materias reductoras distintas de los azúcares reductores por defecación y posterior valoración basada en la acción reductora de los azúcares sobre una solución cupro-alcalina.

10.2 *Material y aparatos.*

10.2.1 Eslenmeyer de 300 ml con refrigeración de reflujo.
10.2.2 Material necesario para volumetría.
10.2.3 Baño de agua.

10.3 *Reactivos.*

10.3.1 Solución de acetato neutro de plomo (aproximadamente saturada). Añadir a 250 g de acetato neutro de plomo agua caliente hasta 0,5 l y agitar hasta disolución completa.
10.3.2 Solución de NaOH.1N.
10.3.3 Carbonato de calcio.
10.3.4 Solución cupro-alcalina. Disolver por separado: 25 g de sulfato de cobre ($SO_4CU\ 5H_2O$) en 100 ml de agua; 50 g de ácido cítrico en 300 ml de agua y 388 g de carbonato de sodio cristalizado en 300-400 ml de agua caliente. Mezclar la solución de sulfato de cobre y completar el volumen con agua hasta un litro.
10.3.5 Solución de iodurode potasio al 30 por 100. Conservar en frasco topacio.
10.3.6 Solución de ácido sulfúrico al 25 por 100 en volumen.
10.3.7 Tiosulfato de sodio N/10.
10.3.8 Engrudo de almidón de 5 g/l; contendrá 200 g/l de cloruro de sodio para asegurar su conservación. Esta solución debe ser mantenida diez minutos en ebullición en el momento de su preparación.

10.4 *Procedimiento.*

10.4.1 Defecación plúmbica.

Llevar 100 ml de ron a un matraz aforado de 125 ml. Añadir agitando 5 ml de solución saturada de acetato de plomo y 1 g de carbonato de calcio, agitar varias veces y dejar sedimentar, por lo menos quince minutos, enrasar con agua destilada, añadir 0,6 ml más de agua y filtrar.

10.4.2 Valoración.

Poner en el erlenmeyer de 300 ml 25 ml de la solución cuproalcalina y 25 ml de ron previamente defecado. Añadir unos gramos de piedra pómez y llevar a ebullición, que debe ser alcanzada en dos minutos, adaptando el erlenmeyer al refrigerante de reflujo y mantener exactamente durante diez minutos la ebullición.

Enfriar inmediatamente bajo corriente de agua fría. Añadir 10 ml de la solución de ioduro de potasio al 30 por 100, 25 ml de la solución de ácido sulfúrico al 25 por 100 y 2 ml de engrudo de almidón. A continuación valorar con la solución 0,1 N de tiosulfato de sodio.

Efectuar una prueba en blanco, sustituyendo los 25 ml de muestra, por igual volumen de agua destilada y tratar como se ha indicado para la muestra.

10.5 *Cálculos.*-La cantidad de azúcar, expresada en azúcares reductores contenida en la muestra analizada, se obtiene en la tabla adjunta en función del número n' - n de ml de tiosulfato utilizado.

Siendo:

n = volumen, en ml, de solución de tiosulfato de sodio 0,1 N utilizados en la valoración de la muestra.
n' = volumen, en ml, de solución de tiosufalto de sodio 0,1 N utilizados en la prueba en blanco.

Expresar el contenido en gramos de azúcares reductores por litro, teniendo en cuenta las diluciones efectuadas en el curso de la defecación del volumen de la muestra analizada.

10.6 *Referencias bibliográficas.*

1. Recueil des Méthodes Internationales d'analyse des Vins. O.I.V., A4e, 106-107 (defecación) y 126-127 (valoración).

Azúcares reductores expresados en mg de glucosa

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

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 1.000 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 por 100 (d = 1,413).

11.3.3 Acido nítrico al 1 por 100 en agua destilada (v/v).

11.3.4 Solución patrón de 1.000 mg de Pb/1. Disolver 1,598 g de $(NO_3)_2$ Pb enrasando a 1.000 ml con ácido nítrico al 1 por 100.

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, trascurrido 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 alícuotas apropiadas de la solución patrón (11.3.4) con ácido nítrico al 1 por 100 (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 absorbancias de la muestra y patrones a 283 nm. Si la solución está muy concentrada diluirla con ácido nítrico al 1 por 100.

11.5 *Cálculos.*-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 bibliográficas.*

- «Métodos Oficiales de Análisis de Vinos». Ministerio de Agricultura, página 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 1.000 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 por 100 (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 alícuotas de la solución patrón (12.3.2) con ácido nítrico al 1 por 100 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 *Cálculos.*-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 bibliográficas.*

- H. E. Parker. «Atomic Absorption Newsletter» (1963), 13.

13. COBRE

13.1 *Principio.*-Determinación del cobre por A. A., mineralización por cenizas a < 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 1.000 mg de Cu/l. Disolver 1,000 g de Cu puro en el mínimo volumen necesario de NO H (1:1), y diluir a 1 litro con ácido nítrico del 1 por 100 (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 alícuotas de la solución patrón (13.3.2) con ácido nítrico del 1 por 100, 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 *Cálculos.*–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 bibliográficas.*

– H. E. Parker: «Atomic Absorption Newsletter» (1963), 13.
– F. Rousselet: «Spectrophotometrie par absorption atomique Boudin». Edición París (1968), páginas 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 y 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 Registrador 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.

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.

Disolver 15 ml de ácido clorhídrico (d = 1,19 g/ml) con agua destilada hasta un volumen de 1.000 ml.

14.3.4 Acido nítrico (d = 1,40).
14.3.5 Acido sulfúrico (d = 1,84).
14.3.6 Disolución de hidróxido de sodio al 1 por 100.

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 por 100.

Pesar 3 g de borohidruro de sodio y disolverlo hasta 100 ml con hidróxido de sodio al 1 por 100.

14.3.8 Disolución al 1 por 100 de etilendinitrilotetraacetato de disodio, dihidrato (tritiplex III).

Pesar 1 g de tritiplex III y disolverlo hasta 100 ml con agua destilada.

14.3.9 Disolución de hidróxido de potasio al 20 por 100.

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 por 100 (V/V).

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

14.3.11 Disolución de ácido sulfúrico al 1 por 100 (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 por 100 (14.3.9), neutralizar con ácido sulfúrico al 20 por 100 (14.3.10), diluir hasta 100 ml con ácido sulfúrico 1 por 100 (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.

Un ml de la solución contiene 10 nanogramos de arsénico.

Preparar un blanco con todos los reactivos utilizados siguientes al 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 longitud 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 (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.

15. SACAROSA

15.1 *Principio.*–La sacarosa se determina por la diferencia de los poderes reductores antes y después de la hidrólisis clorhídrica del líquido procedente de la defecación del ron.

15.2 *Reactivos.*

15.2.1 Acido clorhídrico d = 1,19.
15.2.2 Hidróxido sódico 12N.

15.3 *Procedimiento.*–Poner en dos matraces Erlenmeyer, de 200 ml cada uno, el mismo volumen del líquido defecado según el método oficial número 10. Añadir a cada matraz 0,3 ml de ácido clorhídrico (15.2.1), por cada 10 ml de líquido defecado.

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

Llevar el otro matraz con el contenido sin neutralizar a baño de agua hirviendo durante 3 minutos. Añadir entonces el mismo volumen de Na (OH), 12 N que al otro matraz y valorar como en el caso anterior.

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

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

15.5 *Referencia bibliográfica.*

– Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. O.I.V. As, 4, 1969.