

6.º de dicha norma la oficina del Comisario general, se hace preciso determinar la forma de sustitución del mismo, a fin de garantizar en todo momento el normal funcionamiento de dicho órgano de apoyo.

En su virtud, a propuesta del Presidente del Gobierno y previa deliberación del Consejo de Ministros en su reunión del día 23 de octubre de 1985,

#### DISPONGO:

Artículo único.—El apartado 3 del artículo 6.º del Real Decreto 487/1985, de 10 de abril, queda redactado del modo siguiente:

«3. El Secretario general, con categoría de Director general, será nombrado y separado por Real Decreto a propuesta del Ministerio de la Presidencia e iniciativa del Comisario general. Corresponde al Secretario general la sustitución del Comisario general en caso de ausencia, vacante o enfermedad de éste.»

#### DISPOSICION FINAL

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

Dado en Madrid a 23 de octubre de 1985.

JUAN CARLOS R.

El Presidente del Gobierno,  
FELIPE GONZALEZ MARQUEZ

#### 22125 ORDEN de 16 de octubre de 1985 por la que se aprueban los métodos oficiales de análisis de ginebra.

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 la ginebra, serían objeto de reglamentaciones especiales.

Como consecuencia de la anterior previsión, fue publicado el Real Decreto 2297/1981, de 20 de agosto, que aprobaba la Reglamentación especial para la elaboración, circulación y comercio de ginebra, 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 9.º 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 la ginebra 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 Órgano competente y previamente informados por la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria, podrán ser utilizados los aprobados por los Organismos nacionales e 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, 16 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.
4. Bases nitrogenadas.
5. Alcoholes superiores.
6. Metanol.
7. Grado alcohólico.
8. Sacarosa.
9. Acidez total.
10. Materias reductoras (azúcares reductores).
11. Plomo.
12. Cinc.
13. Cobre.
14. Arsénico.

#### 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 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 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 consecutivas. Determinar en la última destilación el título alcoholométrico del destilado, que no debe ser menor del 9,9 por 100 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 cuarenta y cinco y noventa minutos.

1.6 *Referencias bibliográficas.*

1. Instituto Español de Normalización. UNE 33-112-75.

## 2. FURFUROL

2.1 *Principio*.—El furfurool se combina con la anilina en presencia del ácido acético para dar un compuesto de color rojo.

2.2 *Reactivos*.

2.2.1 Ácido acético.

2.2.2 Anilina recientemente destilada. Al destilar debe pasar, como mínimo, un 95 por 100 entre 183 °C y 185 °C.

2.3 *Procedimiento*.—Poner 10 ml de destilado de ginebra (obtenido según el método oficial número 1) o la ginebra directamente, si no contiene ni extracto ni color, en un tubo de tapón esmerilado. Añadir 0,5 ml de anilina y dos ml de ácido acético (2.2.1). Agitar.

2.4 *Cálculos*.—Si antes de veinte minutos no aparece ninguna coloración rosa salmón, la muestra se considera exenta de furfurool.

2.5 *Referencias bibliográficas*.

1. Codex Oenologique Internationales. OIV.

## 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 °C 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 sustancia 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 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.

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

$$\text{Extracto total (g/l)} = (M - m) \times 40.$$

Siendo:

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

m = Peso en g de la cápsula vacía.

3.5 *Referencias bibliográficas*.

1. Instituto Español de Normalización. UNE 33-106-74.

## 4. BASES NITROGENADAS

4.1 *Principio*.—Fijación del amoníaco y las bases nitrogenadas mediante ácido fosfórico, seguida de una primera destilación. Liberación del amoníaco y las bases nitrogenadas con hidróxido sódico, segunda destilación y posterior valoración con ácido clorhídrico del segundo destilado.

El límite de detección del método es de 1 mg/l.

4.2 *Material y aparatos*.

4.2.1 Matraz de 200 ml de capacidad.

4.2.2 Según (1.2.2), (1.2.3), (1.2.4) y (1.2.5).

4.3 *Reactivos*.

4.3.1 Ácido fosfórico d = 1,34.

4.3.2 Solución de hidróxido sódico al 10 por 100.

4.3.3 Solución de ácido clorhídrico 0,01 N.

4.3.4 Solución de rojo de metilo. Pesar 0,1 g de rojo de metilo, disolver con 50 ml de etanol al 90 por 100 de volumen.

4.4 *Procedimiento*.—En un matraz de 200 ml, introducir 50 ml de muestra, adicionar 40 ml de agua y dos gotas de ácido fosfórico; destilar y desechar los primeros 80 ml.

Enfriar el matraz y al residuo frío adicionar 2 ml de solución de hidróxido sódico al 10 por 100 (o 20 ml de solución de hidróxido sódico al 1 por 100, si hay proyecciones). Destilar de nuevo recogiendo alrededor de 7 ml de destilado en un tubo de ensayo en el que previamente se han introducido 2 ml de agua y una gota de solución de rojo de metilo, procurando que el destilado caiga en el fondo del tubo con la ayuda de una alargadera. Valorar a continuación con una solución de ácido clorhídrico 0,01 N hasta que el indicador vire a rojo.

4.5 *Cálculos*.—Nitrógeno (mg de nitrógeno/litro) = 2,8 n.

n = volumen, en ml, de solución de ácido clorhídrico 0,01 N gastados en la valoración.

4.6 *Referencias bibliográficas*.

1. Codex Oenologique International, OIV, 1978, pág. 17.

## 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 My.

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 °C 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:

$$\text{Factor de respuesta (Fr)} = C_i \times \frac{A_p}{A_i}$$

$$\text{Concentración en la muestra (mg/l)} = Fr \times \frac{A_{im}}{A_{pm}} \times f$$

siendo:

C<sub>i</sub> = Concentración del compuesto en la solución patrón.

A<sub>p</sub> = Área del patrón interno en la solución patrón.

A<sub>i</sub> = Área del compuesto en la solución patrón.

A<sub>im</sub> = Área del compuesto en la muestra problema.

A<sub>pm</sub> = Área 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  $\mu$ l en el cromatógrafo.

6.4.3 Muestra problema.—Como en 5.4.3.

6.5 *Cálculos.*—Como en 5.5.

6.6 *Referencias bibliográficas.*

1. Association of Official Agricultural Chemists 1980, 9075.

## 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 °C 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 tres o cuatro veces para igualar las temperaturas de la probeta y del líquido.

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

Introducir el alcohómetro en el líquido de arriba a abajo cinco o seis 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. SACAROSA

8.1 *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 de la ginebra.

8.2 *Reactivos.*

8.2.1 Ácido clorhídrico  $d = 1,19$ .

8.2.2 Hidróxido sódico 12N.

8.3 *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 (8.2.1) 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 tres minutos. Añadir entonces el mismo volumen de Na(OH), 12 N que al otro matraz y valorar como en el caso anterior.

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

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

8.5 *Referencias bibliográficas.*

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. OIV, A5, 4, 1968.

## 9. ACIDEZ TOTAL

9.1 *Principio.*—La acidez total de la ginebra se considera como la suma de los ácidos titulables cuando se lleva la ginebra a pH = 7 por adición de un licor alcalino valorado. El ácido carbónico no se considera comprendido en la acidez total.

El gas carbónico se elimina previamente de la ginebra por agitación en frío y con vacío parcial.

9.2 *Material y aparatos.*

9.2.1 Potenciómetro con electrodo de vidrio.

9.2.2 Agitador magnético.

9.2.3 Kitasato de un litro.

9.3 *Reactivos.*

9.3.1 Disolución de Na(OH) 0,01N recientemente preparada.

9.4 *Procedimiento.*—Poner 150 ml de ginebra en un Kitasato de un litro de capacidad, conectar al vacío agitando al mismo tiempo el matraz. El desprendimiento de CO<sub>2</sub> se aprecia a los pocos momentos. Observar atentamente el momento en que dejan de desprendirse las burbujas, desconectar del vacío.

Tomar 100 ml de la ginebra sin CO<sub>2</sub> y llevar a un vaso de unos 250 ml de capacidad, introducir el electrodo del vidrio en la ginebra.

Poner en marcha el agitador procurando que no se formen burbujas y añadir desde bureta solución de hidróxido sódico (9.3.1) a la ginebra hasta que la aguja del potenciómetro marque pH = 7, manteniendo el agitador en marcha durante la operación, que no debe durar más de cinco minutos.

9.5 *Cálculos.*—Calcular la acidez total expresada en meq/l con una aproximación de 0,1 meq/l o en mg de ácido acético.

Acidez total =  $6 v$  mg ácido acético/l.

V = Volumen en ml de Na(OH) 0,01 N.

9.6 *Referencias bibliográficas.*

1. Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins. OIV, A 10, 1 3, 1969.

2. Jaulmes, P.: «La mesure de l'acidité total des Vins». Annal des Falsifications et des Fraudes, 556, 1955.

10. MATERIAS REDUCTORAS  
(Azúcares 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 Erlenmeyer de 300 ml con refrigerante 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-alcálica. Disolver por separado: 25 g de sulfato de cobre (SO<sub>4</sub>CU 5H<sub>2</sub>O) 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 ioduro de 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 ginebra 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 ginebra 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 tiosulfato 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: OIV, A4e, 106-107 (defecación) y 126-127 (valoración).

**AZUCARES 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	26,0	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	43,7	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 Ácido sulfúrico del 96 por 100 (d = 1,835).  
11.3.2 Ácido nítrico del 70 por 100 (d = 1,413).  
11.3.3 Ácido nítrico al 1 por 100 en agua destilada (v/v).  
11.3.4 Solución patrón de 1.000 mg de Pb/l. Disolver 1,598 g de (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 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, 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  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) 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 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.

1. Métodos Oficiales de Análisis de Vinos. Ministerio de Agricultura, pag. 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 1,00 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 alicuotas 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.

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

### 13. COBRE

13.1 Principio.—Determinación del cobre por A.A., mineralización por cenizas a  $\leq 450^\circ\text{C}$  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  $\text{NO}_3$  (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 alicuotas 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.

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

2 - F. ROUSSELET: «Spectrophotometrie par absorption atomique Boudin». Ed. Paris (1968), pag. 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 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 tres gramos 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 sodio, dihidrato (tritplex III).

Pesar un gramo de tritplex 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.

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 establezca 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.

## MINISTERIO DE ECONOMÍA Y HACIENDA

### 22126 *ORDEN de 4 de octubre de 1985 de delegación de atribuciones en el Secretario general técnico de este Departamento.*

Ilustrísimos señores:

Por Real Decreto 1434/1985, de 1 de agosto, de ordenación de publicaciones oficiales, en cumplimiento de lo dispuesto en el artículo 85, 4, de la Ley 50/1984, de 30 de diciembre, se procedió a la supresión del Organismo autónomo Servicio de Publicaciones del Ministerio de Economía y Hacienda, quedando sus funciones asumidas por la Secretaría General Técnica del Departamento.

Al objeto de que la Administración del Estado pueda continuar ejerciendo las funciones encomendadas al Organismo suprimido, necesarias para el cumplimiento de sus fines y, en tanto no se lleve a cabo la adaptación a que se refiere la disposición final primera del Real Decreto 1434/1985,

Este Ministerio se ha servido disponer:

Primero.—Hasta la publicación de las normas de desarrollo a que se refiere la disposición final primera del Real Decreto 1434/1985, de 1 de agosto, las unidades administrativas del extinguido Servicio de Publicaciones del Ministerio de Economía y Hacienda permanecerán con la estructura y funciones que tenían asignadas, integradas en la Secretaría General Técnica. El personal del Organismo mencionado continuará percibiendo íntegramente sus retribuciones con cargo a los créditos reconocidos al mismo en el presente ejercicio.

Segundo.—El Ministerio de Economía y Hacienda asume como propios hasta la terminación del presente ejercicio económico los presupuestos del Organismo suprimido no afectos a obligaciones reconocidas para el cumplimiento de las funciones asumidas, contrayéndose las nuevas obligaciones con cargo a las dotaciones presupuestarias de dicho Organismo.

Tercero.—Se delegan en el Secretario general técnico, en relación

a las dotaciones presupuestarias a que se refiere el párrafo anterior, las siguientes atribuciones:

a) La autorización y disposición de los gastos, y  
b) Las facultades de contratación atribuidas al titular del Departamento por la legislación vigente.

Esta Orden entrará en vigor el mismo día de su publicación en el «Boletín Oficial del Estado».

Lo que comunico a VV. II.

Madrid, 4 de octubre de 1985.

SOLCHAGA CATALAN

Ilmos. Sres. Subsecretario, Secretario general técnico e Interventor general de la Administración del Estado.

### 22127 *ORDEN de 24 de octubre de 1985 sobre fijación del derecho compensatorio variable para la importación de productos sometidos a este régimen.*

Ilustrísimo señor:

De conformidad con el artículo octavo del Decreto 3221/1972, de 23 de noviembre, y las Ordenes de Hacienda de 24 de mayo de 1973 y de Comercio de 13 de febrero de 1975,

Este Ministerio ha tenido a bien disponer:

Primero.—La cuantía del derecho compensatorio variable para las importaciones en la Península e islas Baleares de los productos que se indican es la que a continuación se detalla para los mismos:

Producto	Posición estadística	Pesetas T/m neta
Albacoras o atunes blancos (frescos o refrigerados) .....	03.01.23.1	10
	03.01.23.2	10
	03.01.27.1	10
	03.01.27.2	10
	03.01.31.1	10
	03.01.31.2	10
	03.01.34.1	10
	03.01.34.2	10
	03.01.83.0	10
	03.01.83.5	10
Atunes (los demás) (frescos o refrigerados) .....	03.01.21.1	10
	03.01.21.2	10
	03.01.22.1	10
	03.01.22.2	10
	03.01.24.1	10
	03.01.24.2	10
	03.01.25.1	10
	03.01.25.2	10
	03.01.26.1	10
	03.01.26.2	10
	03.01.28.1	10
	03.01.28.2	10
	03.01.29.1	10
	03.01.29.2	10
03.01.30.1	10	
03.01.30.2	10	
03.01.32.1	10	
03.01.32.2	10	
03.01.34.3	10	
03.01.34.9	10	
03.01.83.1	10	
03.01.83.6	10	
Bonitos y afines (frescos o refrigerados) .....	03.01.80.1	10
	03.01.80.2	10
	03.01.83.4	10
	03.01.83.9	10
Sardinias frescas o refrigeradas ..	03.01.37.1	10
	03.01.37.2	10
	03.01.83.2	10
	03.01.83.7	10
Anchoa, boquerón y demás engraulidos frescos o refrigerados .....	03.01.66.1	10
	03.01.66.2	10
	03.01.83.3	10
	03.01.83.8	10