

A P E N D I C E

INSTITUTO INTERNACIONAL DE AGRICULTURA

Conferencia Internacional de Expertos para el estudio de la unificación de los Métodos de Análisis de los Vinos.

(Roma, días 9, 10 y 11 de abril de 1934)

Informe general

La Comisión internacional de Expertos para el estudio de la unificación de los Métodos internacionales de Análisis de los Vinos, reunida en Roma durante los días 9, 10 y 11 de abril de 1934, formuló las siguientes conclusiones:

Considerando que para la facilitación de las transacciones internacionales con respecto a los vinos es indispensable que los resultados de los análisis sean fácilmente comprendidos y rápidamente interpretados por los químicos de todos los países, la Comisión ha acordado que en todos los Boletines de Análisis de Vinos, referentes al comercio internacional, se deberán hacer constar los resultados de acuerdo con las reglas fijadas por la Convención Internacional para unificación de los resultados de análisis, firmada en París en octubre de 1912 (Notación C. I.) Como quedó estipulado en la referida Convención, los resultados podrán también figurar en los Boletines, de conformidad con las normas del país en donde estos Boletines se expidan.

Teniendo presente que los Métodos de análisis internacionales proyectados están destinados principalmente a los laboratorios de las aduanas, que deberán emitir su dictamen en un mínimo de tiempo, y considerando, por otra parte, que no es necesario siempre proceder

a un análisis completo para reconocer si un vino es francamente bueno o malo para adoptar la consecuencia ulterior de rechazarlo para el consumo, la Comisión acordó proponer:

a) Un Método sumario y rápido que permita a los laboratorios de control hacer una primera selección; y

b) Un Método de análisis detallado, al que se recurrirá en los casos extremos y dudosos, y cuyo empleo será obligatorio cuando sea preciso dirimir una desavenencia.

a) METODO DE ANALISIS RAPIDO

Este Método comprende necesariamente:

Examen organoléptico.

Determinación de la densidad.

Dosificación del alcohol.

Dosificación del extracto seco.

Apreciación de las materias reductoras.

Apreciación de la riqueza en sulfatos.

Dosificación de acidez (total y volátil).

Dosificación del anhídrido sulfuroso.

Y, eventualmente, la investigación de antisépticos.

Examen organoléptico.—Este examen, profundo, es indispensable y debe comprender: aspecto del vino, color, limpidez, olor y gusto. Puede completarse, si así se juzga preciso, con el examen microscópico, con objeto de comprobar si el vino contiene una proporción anormal de *Mycoderma aceti* o bacterias (gérmenes de enfermedades, tales como la vuelta o tornado, amargor, grasa, etc.).

El resultado de este examen organoléptico y microscópico servirá para decidir al químico a renunciar al examen rápido y a utilizar seguidamente el método de análisis completo.

Cuando el vino sea turbio, se debe proceder a su filtración sobre papel, teniendo cuidado de cubrir el embudo, y se efectuará el análisis con ese vino filtrado. Esta previa operación debe ser consignada en el Boletín de Análisis.

Densidad.—Después de haber eliminado, si es preciso, el ácido carbónico, se procederá a determinar la densidad a una temperatura lo más aproximada posible a 15°, utilizando, o bien un densímetro centesimal, o el picnómetro o la balanza hidrostática. El resultado, co-

irregido a 15°, se expresará con cuatro cifras decimales. Los errores admisibles entre dos resultados no deben afectar más que a la cuarta cifra decimal.

Grado alcohólico.—Se procederá por destilación del vino, previa y exactamente neutralizado, y por titulación del destilado, mediante alcohómetros, cuidadosamente controlados, o con el pignómetro o la balanza hidrostática, o bien por los procedimientos por oxidación (1). El resultado, reducido a 15°, se consignará, de acuerdo con lo prescrito por la Convención de 1912, en gramos por litro y en porcentaje en volumen (grado Gay Lussac y décimas de grado). El error admisible para ese último modo de expresión no podrá exceder de 0,1° por exceso o defecto.

Extracto seco.—El extracto seco deberá determinarse por el Método densimétrico, basándose en el peso específico del vino a 15° y en el del destilado alcohólico a 15°. En la expresión de los resultados es indispensable, en espera de conocer las conclusiones resultantes de los estudios en curso y de un acuerdo ulterior sobre esta cuestión, indicar la fórmula empleada para obtener de estos datos el valor del extracto seco (fórmulas de Akermann, de Houdart, de Dujardin-Salleron, de Roussapoulos, etc). La diferencia admisible entre dos resultados no excederá de 0,5 gr. por litro.

Materias reductoras.—En los vinos secos corrientes se puede practicar un análisis cualitativo, empleando el vino decolorado mediante la dosis mínima de negro decolorante y utilizando la cantidad de licor cupropotásico correspondiente a un gramo o dos de azúcar invertido por litro, operando sobre 10 c. c. de vino. El resultado debe expresarse en la forma siguiente: Materias reductoras < 1 gramo, o materias reductoras > 1 gramo, pero < 2 gramos. Si el ensayo indica una cantidad de azúcar superior a 2 gramos por litro, realícese la dosificación exacta, empleando el procedimiento indicado en el Método detallado.

Sulfatos.—Hay que investigar cualitativamente los sulfatos, empleando un licor valorado de cloruro de bario, con adición de ácido clorhídrico.

Los resultados deben ser consignados en la forma siguiente: Sulfato de potasio por litro < 1 gramo o > 1 gramo y < 2 gramos.

Si el ensayo acusa una cantidad superior a 2 gramos por litro,

(1) Lo: procedimientos por oxidación deben ser principalmente considerados como métodos de comprobación.

efectúese la dosificación exacta, utilizando el procedimiento indicado en el Método detallado.

Materias minerales (cenizas).—Calcinación al rojo sombra de una cantidad conocida de vino y pesado de las cenizas blancas. Si fuera necesario podrá proceder por lixiviación. Si se juzga útil puede determinarse la alcalinidad de las cenizas totales como se indica en los Métodos detallados.

Acidez.—a) *Acidez total.*—Medir exactamente un volumen de vino, que se calentará a 80°, en una fiola de fondo plano, colocándola algunos minutos sobre el baño-maria para eliminar el ácido carbónico, y dejar enfriar. Mediante Titular con un licor alcalino valorado (sosa, potasa o agua de cal), vigilar la saturación por toques sobre papel tornasol sensible.

El empleo de la fenoltaleína como indicador debe ser, en este caso, rigurosamente proscrito.

b) *Acidez volátil.* — Arrastrar los ácidos volátiles por una corriente de vapor de agua, calentando previamente el vino sometido al análisis sobre el baño-maria hirviendo (Método de Blarez, modificado). Hacer pasar la corriente de vapor, cuidando de no dejar bajar el nivel del vino Titular la acidez del destilado, utilizando el tornasol sensible como indicador. Para esta última titulación se puede utilizar la fenoltaleína, a condición de indicarlo así en el Boletín de Análisis.

Si el vino contiene anhídrido sulfuroso debe dosificarse en el destilado, neutralizado, y acidificado después con algunas gotas de ácido sulfúrico y titulando con licor valorado de yodo, como se indica más adelante.

La acidez correspondiente al anhídrido sulfuroso debe ser restada de la acidez volátil.

Los resultados de las dosificaciones de acidez se expresarán conforme a lo acordado por la Convención de 1912 en c. c. de licor alcalino normal por litro de vino y conjuntamente en la forma consagrada por el uso en el país donde el análisis se ha realizado.

Las diferencias admisibles entre dos dosificaciones no deben sobrepasar a 1 c. c. de licor alcalino N para la acidez total y 0,2 c. c. para los ácidos volátiles.

Anhídrido sulfuroso. — a) *Anhídrido sulfuroso libre.*—Titulación directa mediante el uso de un licor valorado de yodo, utilizando, como indicador, el engrudo de almidón.

b) *Anhidrido sulfuroso total*.—Emplear indiferentemente el Método de Ripper (titulación por un licor de yodo, del vino previamente tratado por un exceso de licor alcalino, y después acidificado por el ácido sulfúrico) o por el Método de Haas (desplazamiento del anhidrido sulfuroso por el ácido fosfórico y arrastre en corriente de ácido carbónico, oxidación por el yodo y dosificación ponderal o tritrimétrica).

En los boletines de análisis debe hacerse mención al Método utilizado.

Los errores admisibles entre dos análisis efectuados en el mismo día son de 0,002 gr. para el anhidrido sulfuroso libre, y de 0,005 gramos para el anhidrido sulfuroso total.

b) METODO DE ANALISIS DETALLADO

Efectuar el examen organoléptico y el examen microscópico detallado.

Para la determinación de la densidad del alcohol, del extracto seco, de las materias minerales, de las acideces totales y volátiles y del anhidrido sulfuroso, se procederá como se ha indicado en el Método rápido.

Materias reductoras.—a) *Defecación del vino*.—Se procederá a la defecación del vino, ya por el método del subacetato de plomo, o bien por el método del sulfato ácido de mercurio. Para la aplicación de este último método hay que tomar precauciones especiales si el vino contiene sacarosa.

b) *Dosificación*.—Emplear únicamente los métodos en que se utilizan los licores cupropotásicos. Proceder bien por volumetría (métodos por el sulfato de hierro y permanganato o por el yodo y tiosulfato), o bien por gravimetría (pesaje del oxidulo de cobre obtenido con el vino defecado al plomo y rigurosamente neutro, o de cobre regenerado). Este último método es particularmente recomendable con los vinos ricos en azúcar (más de 10 gramos por litro).

c) *Examen polarimétrico*.—Operar preferentemente sobre licor defecado al sulfato ácido de mercurio. Se examinará al tubo de 20 centímetros cúbicos a 20° C.

Dosificación de la sacarosa.—Se procederá previamente a la inversión y después se aplicarán los métodos que anteriormente quedan descritos, tomando las precauciones indispensables. Los resultados

de las dosificaciones de las materias reductoras y de la sacarosa se expresarán en gramos de azúcar invertido, por litro, en lo que se refiere a las materias reductoras y en gramos por litro para la sacarosa. Diferencias admisibles: 0 gr. 5.

Acido tártrico.—La Comisión, reconociendo la insuficiencia de los métodos basados en la precipitación del bitartrato de potasio y su titulación volumétrica, recomienda el empleo de los métodos nuevos al racemato de calcio (método de Kling, modificado por Semichon y Flanzky). Los resultados se expresarán a la vez en c. c. de licor alcalino N. y en bitartrato de potasio por litro.

Acido málico.—A falta de métodos fácilmente aplicables y suficientemente exactos, la Comisión reserva su opinión.

Acido láctico.—En tanto se proponga y apruebe un método internacional, la Comisión recomienda el empleo, ya del método de Bonifazi (1) si el vino contiene entre 1 y 4 gramos de ácido láctico y menos de 5 de azúcar, o el método por oxidación crónica de Semichon y Flanzky (2). Los resultados se detallarán a la vez en centímetros cúbicos de licor alcalino N. y en gramos de ácido láctico por litro.

Acido succínico.—En espera de que se establezca un método internacional, la Comisión recomienda que se emplee el método de Semichon y Flanzky (3), a condición de comprobar la pureza del succinato de amoníaco obtenido (deducción de los sulfatos de las cenizas o extracción por el éter y titulación por el nitrato de plata).

Acido cítrico.—Investigación cualitativa por el método de Déniges o el método de Stahre.

Glicerina.—En espera de un método internacional, la Comisión recomienda se empleen los métodos por arrastre, por el vapor de agua y dosificación por oxidación crónica. (Método Ferré-Bourges, modificado por Semichon y Flanzky (4), o método de von Fellenberg (5).

Potasa.—Lo mismo que para la dosificación del ácido tártrico, los métodos por precipitación al estado de bitartrato deben ser desechados. Empleense los métodos de Semichon y Flanzky; dosificación al estado de percloratos; después la destrucción de la materia orgánica

(1) Trav. Chim. Alim. P. 9, 1929, P. 122. Ann. Fals. 1928. P. 75.

(2) Ann. Fals. 1932 núm. 263.

(3) Ann. Fals. 1933 núm. 263.

(4) Ann. Fals. Dbre. 1930 núm. 264.

(5) Chim. Indust. Marzo 1932 p. 686.

por el ácido nítrico y el mercurio. Los resultados se expresarán a la vez en c. c. de licor normal y en gramos de bitartrato de potasio por litro. El error admisible es de 0,2 c. c. por litro.

Alcalinidad de las cenizas.—Se operará sobre las cenizas totales de 50 c. c. de vino obtenidas, como se dice en el Método rápido. Se efectúa la dosificación volumétrica, por retorno después de la disolución en el ácido sulfúrico N/10, y adición de cloruro de calcio, empleando la fenolftaleína como indicador. Los resultados se expresarán a la vez en c. c. de licor normal y en gramos de bitartrato de potasio por litro. El error admisible es de 0,5 c. c. por litro.

Fósforo total.—Se destruirá la materia orgánica por el método mercurio-nítrico y se precipitará el ácido fosfórico por los métodos clásicos. Se expresan los resultados en gramos de anhídrido fosfórico por litro. El error admisible es de 0,010 gramos por litro.

Sulfatos.—Precipitación por ebullición en medio netamente clorhídrico, por el cloruro de bario, filtración, calcinación y pesaje. Se expresan los resultados en gramos de sulfato neutro de potasio, por litro. El error admisible es de 0,050 gramos.

Acidez fija.—Se determina la acidez fija restando de la acidez total la acidez volátil corregida, y la acidez correspondiente al anhídrido sulfuroso libre contenido en el vino. Sus resultados se expresarán de la misma manera que para la acidez total.

Este informe ha sido suscrito por los siguientes técnicos: Henri Fabre (Argelia); Cristóbal Mestre Artigas y Juan Marcilla Arrazola (España); P. Antoniades (Chipre); D. Carlo Rossi y D. Salas (Chile); D. Dicenty (Hungría); Mrs. Filandeau y Semichon (Francia); Giulio Paris (Italia); Werder y L. Benvegnin (Suiza); Rous-sopoulos (Grecia); A. Brizi, secretario general del I. I. A.; L. Douar-che, director del I. O. I. V.; E. Barthe, presidente del O. I. V.; y L. Potenziani, presidente del I. I. A.

MOCIONES PRESENTADAS POR LA ASAMBLEA DE EXPERTOS,
PARA EL ESTUDIO DE LA UNIFICACION DE LOS METODOS DE
ANALISIS DE LOS VINOS, CELEBRADA EN ROMA LOS DIAS 9, 10
Y 11 DE ABRIL DE 1934.

Independientemente del informe general que precede, los Expertos emitieron los tres votos siguientes:

I

La Comisión internacional de Expertos para estudio de la unificación de los Métodos para los análisis de los vinos, a propuesta de la Delegación española, propone: Que considerando que para la dosificación de los diversos ácidos orgánicos del vino es necesario adoptar en todos los países un método oficial uniforme, se encargue al Instituto Internacional del Vino de abrir una información (por medio de sus comités técnicos en los países adheridos al Instituto) sobre los procedimientos que se emplean actualmente en los laboratorios para la dosificación de los diversos ácidos orgánico, especialmente para los ácidos tártrico, mélico, láctico y succínico, y que los resultados de esa información se publiquen en el Boletín de dicho Instituto Internacional del Vino. Y la Comisión de Expertos propone que, a continuación de dicha información, se convoque a otra nueva reunión para la unificación sobre los puntos citados de los métodos de análisis de los vinos. Dicha reunión podría, asimismo, examinar las demás cuestiones sobre las cuales no recayó acuerdo en la presente asamblea.

II

Considerando la Comisión que en los análisis corrientes de los vinos la aproximación de los resultados, hasta la segunda cifra decimal, es ampliamente suficiente, propone que, en lo sucesivo, los químicos y enólogos se abstengan de hacer figurar en los Boletines de análisis corrientes la tercera cifra decimal, que no tiene interés alguno.

III

Considera la Comisión que sería interesante examinar, en una nueva y próxima reunión, los métodos de dosificación de las sustancias extrañas, artificialmente introducidas en los vinos, tales como los antisépticos y los edulcorantes. Sin embargo, cree deber señalar, desde este momento, la dosificación de la sorbita, dosificación que permite descubrir la mezcla de sidras y peradas con el vino natural (método Werder).