

a la copa un ligero movimiento circular y de oscilación brusca alternativamente para que el vino bañe las paredes de la copa y despidan el aroma o nariz.

Apreciando, en primer término, la caída del caldo y su naturaleza, unida o discontinua, etc., y al trazuz el color, brillantez y transparencia del caldo examinado antes de aproximar la copa a la nariz para juzgar del aroma y carácter del vino que se cata.

Las tazas llamadas de cata, ya de plata o de metal plateado, son muy recomendables para juzgar la diafanidad, limpidez y la capa o color de los vinos.

Apreciados en la copa o en la taza de cata los datos que la vista y oírato puedan darnos respecto del vino, se toma un pequeño buche de caldo, que se mueve, haciéndole recorrer toda la boca, reteniéndolo un momento, el suficiente para saborear el vino, repitiendo la operación con un segundo buche de líquido hasta fijar, por la sensación producida en las papilas de la punta y bordes de la lengua, base de ésta y mucosa de la boca y fosa nasal, el sabor y olor característico del vino catado.

El resultado del examen organoléptico (que se referirá al color, limpidez, olor, sabor, etc., del vino) deberá ser indicado en el boletín de análisis.

*Examen microscópico.* — El resultado de la degustación podrá aconsejar la observación microscópica de la muestra a analizar que se realizará en el vino y en el depósito que de él se obtenga por centrifugación o mediante veinticuatro horas de reposo.

En general, deberán ser examinados al microscopio todos los vinos turbios y los que a la degustación denoten un estado de enfermedad, consignándose en este caso en el boletín el resultado de la observación.

### Métodos oficiales de análisis.

#### I.—DETERMINACIÓN DEL PESO ESPECÍFICO

Se determinará la densidad del vino con un picnómetro o con un densímetro contrastado que aprecie hasta la cuarta decimal, operando siempre a 15° centígrados, para evitar las correcciones de temperatura.

En el caso de operarse con densímetros, éstos deberán ser comprobados frecuente y rigurosamente por medio del picnómetro.

Como picnómetro se emplearán frascos tapados con tapón esmerilado de una capacidad aproximada de 50 c. c.; el cuello del frasco deberá tener seis centímetros de longitud, con un diámetro interior máximo de seis milímetros, y el trazo marcando la cabida deberá estar grabado próximamente a la mitad del cuello.

Con el picnómetro se operará del modo siguiente:

Después de estar perfectamente limpio y seco, y haber estado encerrado vacío durante una media hora dentro de la caja de la balanza, se pesará.

Se le llenará en seguida con agua destilada hasta un poco más del trazo, se le colocará en un baño de agua exactamente a 15°, en el cual deberá permanecer durante una media hora, pasada la cual se le sacará, cogiéndolo tan sólo de la parte superior vacía del cuello, y por medio de pequeñas bandas de papel-filtro se enrasará perfectamente con el trazo al nivel del agua, de tal modo, que el borde oscuro del menisco que forma el agua sea tangente al trazo del picnómetro.

Se secará luego, con pequeños pedazos de papel-filtro, el interior libre del cuello; se le tapará, se secará el picnómetro exteriormente y se le colocará durante media hora dentro de la caja de la balanza, pasada la cual se le pesará.

Se determinará tres veces consecutivas la cantidad de agua contenida en el picnómetro y se tomará la media de las tres determinaciones.

Se vaciará y secará el picnómetro, se le lavará varias veces con el vino a ensayar y se llenará luego con dicho vino, operando exactamente del mismo modo que acabamos de indicar para la determinación de la cantidad de agua, teniendo cuidado de que el enrase tenga lugar en los dos casos a igual altura del cuello del frasco.

Hechas estas operaciones se determinará el peso específico por medio de la fórmula siguiente:

$$D = \frac{v - p}{a - p}$$

en la cual  $a$  es el peso del picnómetro lleno de agua hasta el trazo;  $v$  es el peso del picnómetro lleno de vino hasta el trazo, y  $p$  es el peso del picnómetro vacío.

Claro está que, en la fórmula anterior, el denominador, que no es otra cosa que el peso del agua contenida en el picnómetro hasta el trazo, es exactamente el mismo para todas las determinaciones que

se hagan con el mismo aparato; pero de todos modos convendrá de terminar de nuevo, de tiempo en tiempo, el peso del picnómetro vacío y el del que tiene lleno de agua hasta el trazo, pues estos dos pesos pueden ir sensiblemente variando con el tiempo y el uso.

La fórmula anterior se simplifica mucho empleando picnómetros que, llenos hasta el trazo, contengan exactamente 50 gramos de agua, pues en este caso la fórmula queda reducida a la siguiente:

$$D = 0.02 (v - p).$$

Para calibrar el picnómetro de modo que tenga dicha cabida se procede del modo siguiente:

Se pesa el picnómetro limpio, seco y vacío; se pesan dentro, exactamente, 50 gramos de agua destilada, y se coloca luego el aparato en un baño de agua a 15° centígrados durante una hora, al cabo de cuyo tiempo se graba en el cuello del aparato un trazo que marque el nivel que alcance el líquido.

Esta operación de calibrado del picnómetro debe ser efectuada en el mismo laboratorio.

La exactitud de las determinaciones que se hagan con el picnómetro depende especialmente del cuidado que se ponga en la nivelación de los líquidos y de la observación exacta de la temperatura.

Cuando las condiciones en que se opere hagan que la temperatura cambie fácilmente deberá hacerse una nivelación o enrarse doble, para lo cual se introducirá de nuevo el picnómetro ya enrascado en el agua a 15°, y se observará al cabo de un cierto tiempo si el nivel persiste exactamente en el trazo.

En los meses de verano, especialmente, será preciso emplear recipientes que contengan gran cantidad de agua, con el objeto de que se conserve su temperatura más largo espacio de tiempo.

El valor de la densidad a 15° debe ser expresado en el boletín con cuatro cifras decimales.

En las mistelas, mostos concentrados y vinos de licor, la densidad reviste una gran importancia comercial y suele expresarse en grados Baumé, constituyendo los que se denominan *grados de dulce o de licor*.

Su determinación se efectuará a 15° centígrados, operando del modo que se acaba de indicar, y del valor encontrado para el peso específico se pasará al grado Baumé correspondiente, por medio de la siguiente tabla:

**Tabla 1 de correspondencia entre las densidades y los grados Baumé.**

Densidad	Grado Baumé								
1,001	0,16	1,033	4,62	8,75	1,097	12,75	1,129	16,5	19,9
1,002	0,33	1,034	4,75	8,87	1,098	12,87	1,130	16,6	20,0
1,003	0,50	1,035	4,87	9,00	1,099	13,00	1,131	16,7	20,1
1,004	0,62	1,036	5,00	9,12	1,100	13,12	1,132	16,8	20,2
1,005	0,75	1,037	5,12	9,25	1,101	13,25	1,133	16,9	20,4
1,006	0,87	1,038	5,25	9,37	1,102	13,37	1,134	17,0	20,5
1,007	1,00	1,039	5,37	9,50	1,103	13,50	1,135	17,1	20,6
1,008	1,16	1,040	5,50	9,62	1,104	13,60	1,136	17,2	20,7
1,009	1,33	1,041	5,66	9,75	1,105	13,70	1,137	17,4	20,8
1,010	1,50	1,042	5,83	9,87	1,106	13,80	1,138	17,5	20,9
1,011	1,62	1,043	6,00	10,00	1,107	13,90	1,139	17,6	21,0
1,012	1,75	1,044	6,12	10,12	1,108	14,00	1,140	17,7	22,0
1,013	1,87	1,045	6,25	10,25	1,109	14,12	1,141	17,8	23,0
1,014	2,00	1,046	6,37	10,37	1,110	14,25	1,142	17,9	24,0
1,015	2,12	1,047	6,50	10,50	1,111	14,37	1,143	18,0	25,0
1,016	2,25	1,048	6,62	10,62	1,112	14,50	1,144	18,1	26,0
1,017	2,37	1,049	6,75	10,75	1,113	14,62	1,145	18,2	27,0
1,018	2,50	1,050	6,87	10,87	1,114	14,75	1,146	18,4	28,0
1,019	2,66	1,051	7,00	10,98	1,115	14,87	1,147	18,5	29,0
1,020	2,83	1,052	7,12	1,084	11,12	1,116	15,00	1,148	18,6
1,021	3,00	1,053	7,25	1,085	11,25	1,117	15,10	1,149	18,7
1,022	3,12	1,054	7,37	1,086	11,37	1,118	15,20	1,150	18,8
1,023	3,25	1,055	7,50	1,087	11,50	1,119	15,30	1,151	18,9
1,024	3,37	1,056	7,62	1,088	11,62	1,120	15,40	1,152	19,0
1,025	3,50	1,057	7,75	1,089	11,75	1,121	15,50	1,153	19,1
1,026	3,66	1,058	7,87	1,090	11,87	1,122	15,62	1,154	19,2
1,027	3,83	1,059	8,00	1,091	12,00	1,123	15,75	1,155	19,4
1,028	4,00	1,060	8,12	1,092	12,12	1,124	15,87	1,156	19,5
1,029	4,12	1,061	8,25	1,093	12,25	1,125	16,00	1,157	19,6
1,030	4,25	1,062	8,37	1,094	12,37	1,126	16,12	1,158	19,7
1,031	4,37	1,063	8,50	1,095	12,50	1,127	16,25	1,159	19,8
1,032	4,50	1,064	8,62	1,096	12,62	1,128	16,37	1,160	19,9

En los boletines correspondientes a los análisis en que se solicite el grado de licor se consignará la densidad a 15°, determinada como queda dicho y expresada con cuatro decimales, y luego se expresará con la denominación de «grado Baumé, o de licor correspondiente a la densidad», el que resulte de la tabla anterior. Este grado Baumé se consignará con dos decimales, empleando la cifra 0 ó la 5 para las centésimas, según que las centésimas indicadas en la tabla sean inferiores a 5, o sean iguales o superiores a 5. Por ejemplo: 1.º Densidad = 1,067 grado Baumé correspondiente = 9,0. 2.º Densidad = 1,071, grado Baumé correspondiente = 9,5. 3.º Densidad = 1,072, grado Baumé correspondiente = 9,6. Densidad = 1,082, grado Baumé correspondiente = 10,85.

## II.—DETERMINACIÓN DEL ALCOHOL

Se verificará por el método de destilación, valléndose de aparatos cuya caldera sea capaz para operar con 400 c. c. En un balón de cuello estrecho se medirán exactamente 200 c. c. del vino a destilar, a la temperatura de 15° centígrados; se verterán en la caldera del aparato destilatorio, que estará unida a un refrigerante; se lavará el balón con una pequeña cantidad de agua destilada, que se verterá también en la caldera. La refrigeración se conducirá de tal manera que el líquido destilado y condensado mane a una temperatura la más próxima posible a 15°. Se detendrá la destilación cuando se hayan recogido algo más de los dos tercios del volumen del líquido sometido a la destilación (unos 150 c. c.), se completará su volumen, exactamente a 200 c. c. y a 15° de temperatura, con agua destilada; se uniformará perfectamente el líquido por la agitación (estando tapada la probeta con la palma de la mano) y se determinará el grado alcohólico por medio de un alcohómetro rigurosamente contrastado y dividido en décimas de grado, separadas lo necesario para que pueda verificarse la lectura con un error menor de media décima. La lectura deberá hacerse en la parte inferior del menisco que se forma en el vástago del alcohómetro. Operando a 15° exactamente, como queda indicado, no hay necesidad de efectuar corrección alguna de temperatura, expuesta siempre a errores; pero en aquellos casos en que, por circunstancias especiales, no fuese posible operar a 15°, se deberá procurar aproximarse a ellos tanto como sea posible, y, de todas maneras, la totalización de los 200 c. c. en que se verifique la gradu-

ción deberá efectuarse a la misma temperatura exactamente a que se enconrasen y se hayan medido los 200 c. c. de vino vertidos en la caldera para su destilación.

Los alcohómetros deberán ser comprobados frecuente y rigurosamente en los laboratorios por medio del picnómetro.

En los vinos poco alcohólicos, si se dispone de suficiente cantidad de líquido, es mejor operar con 400 c. c. de vino, recogiendo aproximadamente 200 de destilado y completando exactamente con agua destilada este volumen.

En este caso habrá necesidad de dividir por 2 la indicación del alcohómetro.

En cambio, en el caso de un líquido muy alcohólico, se vierten en la caldera 100 c. c. de dicho líquido, se añaden 200 c. c. de agua destilada, se recogen 200 de destilado y se multiplica por 2 el resultado de la graduación alcohómetrica.

Conviene en gran manera (especialmente en el caso de vinos muy alcohólicos) evitar cuidadosamente en la destilación toda pérdida de alcohol, a cuyo efecto el tubo de salida del serpentín o refrigerante se adicionará, por medio de un tubo de caucho, con un tubo de vidrio que desciende hasta el fondo del balón en que se vaya recogiendo el líquido destilado, debiendo tenerse muy presente que es preciso retirar el balón antes de apagar el mechero de calefacción, para evitar el retroceso hacia la caldera y por aspiración del líquido destilado.

Cuando la acidez volátil del vino, calculada en ácido acético, sea superior a dos gramos por litro, o cuando a la degustación denote dicho vino un estado de enfermedad, una vez medido, deberá ser exactamente neutralizado por medio de la sosa o de la magnesia cáustica antes de ser sometido a la destilación; en este caso puede añadirse, además, un poco de polvo de piedra pómex.

Los alcohómetros (y en general todos los densímetros) deberán ser sumergidos en los líquidos que se han de pesar, estando dichos aparatos bien secos y en un estado de limpieza extremadamente irreprochable, evitando de un modo muy especial engrasarlos con las manos.

El grado alcohólico se expresará en los boletines en volumen por 100, con una decimal.

No obstante, cuando las graduaciones alcohólicas se hagan a petición del público, para que surtan efecto en las transacciones co-

merciales, se podrá expresar con dos decimales si estas resultan del cálculo o como resultado de la media de las graduaciones que hayan podido efectuarse por vía comprobatoria.

Cuando se disponga de poca cantidad de líquido, puede determinarse también el grado alcohólico del vino por vía pirométrica, procediendo de la manera siguiente:

Se miden 100 c. c. a 15° de temperatura y se destilan aproximadamente dos terceras partes; se completa el volumen del destilado hasta 100 c. c. por medio del agua destilada (a 15°), y luego, por medio del pirometro, se averigua la densidad a 15° del líquido así ampliado, deduciéndose, por último, de esta densidad el grado alcohólico del líquido por medio de la siguiente tabla.

Tabla II de correspondencia entre las densidades de

Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen
1,0000	0,00	0,9949	3,49	0,9898	7,34	0,9847	11,68
0,9999	0,07	8	3,56	7	7,42	6	11,77
3	0,13	7	3,64	9	7,50	5	11,86
7	0,20	6	3,71	5	7,58	4	11,95
6	0,27	5	3,78	4	7,66	3	12,05
5	0,33	4	3,85	3	7,74	2	12,14
4	0,40	3	3,93	2	7,82	1	12,23
3	0,47	2	4,00	1	7,90	0	12,32
2	0,53	1	4,07	0	7,99	0,9839	12,41
1	0,60	0	4,14	0,9889	8,07	8	12,50
0	0,67	0,9939	4,22	8	8,15	7	12,59
0,9989	0,73	8	4,29	7	8,23	6	12,69
3	0,80	7	4,36	6	8,31	5	12,78
7	0,87	6	4,43	5	8,40	4	12,88
6	0,93	5	4,51	4	8,48	3	12,97
5	1,00	4	4,58	3	8,56	2	13,06
4	1,07	3	4,65	2	8,64	1	13,16
3	1,14	2	4,73	1	8,73	0	13,25
2	1,20	1	4,80	0	8,81	0,9829	13,34
1	1,27	0	4,88	0,9879	8,89	8	13,44
0	1,34	0,9929	4,95	8	8,98	7	13,53
0,9979	1,41	8	5,03	7	9,06	6	13,63
8	1,48	7	5,10	6	9,15	5	13,72
7	1,54	6	5,18	5	9,23	4	13,82
6	1,61	5	5,25	4	9,32	3	13,91
5	1,68	4	5,33	3	9,40	2	14,01
4	1,75	3	5,40	2	9,48	1	14,10
3	1,82	2	5,48	1	9,57	0	14,20
2	1,88	1	5,55	0	9,66	0,9819	14,29
1	1,95	0	5,63	0,9869	9,74	8	14,39
0	2,02	0,9919	5,70	8	9,83	7	14,48
0,9969	2,09	8	5,78	7	9,91	6	14,58
8	2,16	7	5,86	6	10,00	5	14,68
7	2,23	6	5,93	5	10,09	4	14,77
6	2,30	5	6,01	4	10,17	3	14,87
5	2,37	4	6,09	3	10,26	2	14,97
4	2,44	3	6,16	2	10,35	1	15,07
3	2,51	2	6,24	1	10,43	0	15,16
2	2,58	1	6,32	0	10,52	0,9809	15,26
1	2,65	0	6,40	0,9859	10,61	8	15,36
0	2,72	0,9909	6,47	8	10,70	7	15,46
0,9959	2,79	8	6,55	7	10,79	6	15,55
8	2,86	7	6,63	6	10,88	5	15,65
7	2,93	6	6,71	5	10,96	4	15,75
6	3,00	5	6,79	4	11,05	3	15,85
5	3,07	4	6,86	3	11,14	2	15,95
4	3,14	3	6,94	2	11,23	1	16,04
3	3,21	2	7,02	1	11,32	0	16,14
2	3,28	1	7,10	0	11,41	0,9799	16,24
1	3,35	0	7,18	0,9849	11,50	8	16,34
0	3,42	0,9899	7,26	8	11,59	7	16,44

una mezcla de alcohol y agua y su riqueza alcohólica

Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen
0,9796	16,54	0,9745	21,66	0,9694	26,59	0,9643	31,07
5	16,64	4	21,76	3	26,69	2	31,16
4	16,74	3	21,86	2	26,78	1	31,24
3	16,84	2	21,96	1	26,87	0	31,32
2	16,94	1	22,06	0	26,96	0,9639	31,41
1	17,04	0	22,16	0,9689	27,05	8	31,49
0	17,14	0,9739	22,26	8	27,14	7	31,57
0,9789	17,24	8	22,35	7	27,24	6	31,65
8	17,34	7	22,45	6	27,33	5	31,73
7	17,44	6	22,55	5	27,42	4	31,81
6	17,54	5	22,65	4	27,51	3	31,89
5	17,64	4	22,75	3	27,60	2	31,98
4	17,74	3	22,85	2	27,69	1	32,06
3	17,84	2	22,95	1	27,78	0	32,14
2	17,94	1	23,05	0	27,87	0,9629	32,22
1	18,04	0	23,14	0,9679	27,96	8	32,30
0	18,14	0,9729	23,24	8	28,05	7	32,38
0,9779	18,24	8	23,34	7	28,14	6	32,46
8	18,34	7	23,44	6	28,23	5	32,54
7	18,44	6	23,54	5	28,32	4	32,62
0	18,54	5	23,63	4	28,41	3	32,70
5	18,64	4	23,73	3	28,50	2	32,78
4	18,74	3	23,83	2	28,59	1	32,85
3	18,84	2	23,93	1	28,67	0	32,93
2	18,94	1	24,02	0	28,76	0,9619	33,01
1	19,04	0	24,12	0,9669	28,85	8	33,09
0	19,14	0,9719	24,22	8	28,94	7	38,17
0,9769	19,24	8	24,32	7	29,03	6	33,25
8	19,34	7	24,41	6	29,11	5	33,33
7	19,44	6	24,51	5	29,20	4	33,40
6	19,55	5	24,60	4	29,29	3	33,48
5	19,65	4	24,70	3	29,38	2	33,56
4	19,75	3	24,80	2	29,46	1	33,64
3	19,85	2	24,89	1	29,55	0	33,71
2	19,95	1	24,99	0	29,64	0,9609	33,79
1	20,05	0	25,08	0,9659	29,72	8	33,87
0	20,15	0,9709	25,18	8	29,81	7	33,94
0,9759	20,25	8	25,27	7	29,89	6	34,02
8	20,35	7	25,37	6	29,98	5	34,10
7	20,45	6	25,47	5	30,06	4	34,17
6	20,55	5	25,56	4	30,15	3	34,25
5	20,65	4	26,66	3	30,23	2	34,33
4	20,75	3	25,75	2	30,32	1	34,40
3	20,86	2	25,84	1	30,40	0	34,47
2	20,96	1	25,94	0	30,49	0,9590	35,22
1	21,06	0	26,03	0,9649	30,57	80	35,95
0	21,16	0,9699	26,13	8	30,66	70	36,67
0,9759	21,26	8	26,22	7	30,74	60	37,37
8	21,36	7	26,31	6	30,82	50	38,06
7	21,46	6	26,41	5	30,91	40	38,74
6	21,56	5	26,50	4	30,99	30	39,40

Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen	Densidad de la mezcla	Alcohol por 100 en volumen
0,9520	40,06	0,8990	66,45	0,8460	86,30
10	40,70	80	66,87	50	86,63
00	41,33	70	67,29	40	86,95
0,9490	41,95	60	67,70	30	87,27
80	42,57	50	68,12	20	87,60
70	43,17	40	68,53	10	87,92
60	43,77	30	68,94	00	88,23
50	44,35	20	69,34	0,8390	88,55
40	44,93	10	69,75	80	88,86
30	45,50	00	70,16	70	89,18
20	46,07	0,8890	70,56	60	89,48
10	46,63	80	70,96	50	89,79
00	47,18	70	71,36	40	90,09
0,9390	47,72	60	71,76	30	90,40
80	48,26	50	72,15	20	90,70
70	48,80	40	72,55	10	90,99
60	49,33	30	72,94	00	91,29
50	49,85	20	73,33	0,8290	91,58
40	50,37	10	73,72	80	91,87
30	50,88	00	74,11	70	92,15
20	51,39	0,8790	74,49	60	92,44
10	51,89	80	74,88	50	92,72
00	52,39	70	75,26	40	93,00
0,9290	52,89	60	75,64	30	93,28
80	53,39	50	76,02	20	93,55
70	53,88	40	76,40	10	93,82
60	54,36	30	76,78	00	94,09
50	54,84	20	77,15	0,8190	94,35
40	55,32	10	77,53	80	94,61
30	55,80	00	77,90	70	94,87
20	56,27	0,8690	78,27	60	95,13
10	56,74	80	78,64	50	95,38
00	57,21	70	79,00	40	95,63
0,9190	57,67	60	79,37	30	95,88
80	58,13	50	79,73	20	96,13
70	58,59	40	80,09	10	96,37
60	59,05	30	80,45	00	96,61
50	59,50	20	80,81	0,8070	96,85
40	59,95	10	81,17	80	97,08
30	60,40	00	81,52	70	97,31
20	60,84	0,8590	81,87	60	97,54
10	61,29	80	82,23	50	97,76
00	61,73	70	82,57	40	97,99
0,9090	62,17	60	82,96	30	98,20
80	62,61	50	83,27	20	98,42
70	63,04	40	83,61	10	98,63
60	63,47	30	83,96	00	98,84
50	63,91	20	84,30	0,7990	99,05
40	64,34	10	84,64	80	99,26
30	64,76	00	84,97	70	99,46
20	65,19	0,8490	85,31	60	99,66
10	65,61	80	85,64	50	99,86
00	66,03	70	85,97	42	100,00

### III.—DETERMINACIÓN DEL EXTRACTO SECO

*Método oficial.*—Esta determinación se efectuará por el método indirecto, valiéndose de la fórmula siguiente:

$$D'' = (D + 1) - D$$

en la cual,  $D$  representa la densidad del vino determinada, como ya se ha indicado;  $D'$ , el peso específico o densidad del destilado alcohólico, y  $D''$ , el peso específico o densidad de la solución de extracto.

El valor de  $D'$  se deducirá, una vez conocido el grado alcohólico del vino, de la tabla anterior II, y si dicho grado se determinó por vía picnométrica, la densidad dada por el picrómetro es precisamente el valor de  $D'$ .

Una vez calculado por esta fórmula el valor de  $D''$ , se deducirá de él la riqueza extractiva del vino por medio de la siguiente tabla III de Ackermann.

Como comprobación, deberá determinarse (con el densímetro o con el picrómetro), con cuatro decimales también, la densidad del vino desalcoholizado, para lo cual podrá aprovecharse el residuo que queda en la caldera del alambique después de la destilación, y restablecer el volumen primitivo a la temperatura de 15°, con agua destilada.

El peso específico que se obtenga de esta manera no deberá diferenciarse en más de dos unidades de la cuarta cifra decimal del valor de  $D''$ , obtenido por la fórmula anterior; de ser mayor la diferencia, deberán repetirse las operaciones destilatorias y densimétricas.

La riqueza extractiva de los vinos deberá consignarse en los boletines con una decimal.

Para la determinación del extracto seco, por este método, el vino no debe haber sido neutralizado.

Caso de haberlo sido para la determinación del grado alcohólico, conforme se indicó, se deberá efectuar una destilación especial y sin neutralización para la determinación indirecta que se acaba de indicar del extracto seco.

Tabla III para el cálculo del extracto seco de los vinos

*Método a 100°.*—En los análisis de vinos que se hagan para el estudio de su composición y característica anual, deberá determinarse también, conforme se ha indicado anteriormente, su riqueza extractiva por el método denominado a 100°, pues partiendo de su valor deben establecerse algunas relaciones que se emplean en varias naciones importadoras de los vinos españoles, y conviene llegar a fijar los límites entre que oscilan, en los vinos de nuestro país, los valores de dichas relaciones.

El extracto seco a 100° se determina vertiendo 20 c. c. de vino, medidos con una pipeta graduada entre dos trazos, en una cápsula de platino de forma cilíndrica y de fondo plano de 55 mm. de diámetro y 25 mm. de altura. Siendo muy esencial que la cápsula sea de fondo plano, debe tenerse la precaución, al limpiarlas y secarlas, de apoyar dicho fondo sobre una superficie plana y resistente.

Dicha cápsula de platino se coloca sobre un baño maría, cuya cubierta superior esté perfectamente horizontal y provista de orificios circulares de 50 mm. de diámetro, es decir, cinco menos que el de las cápsulas. Estas deben colocarse de modo que obstruyan dichos orificios, sirviendo como de tapadera de los mismos, y aquellos orificios o aberturas que no sean utilizados deberán ser cerrados por medio de sus tapaderas especiales.

El baño maría debe ser de nivel constante y el escape del vapor de agua tener lugar por la juntura de la cubierta, si ésta no está unida al baño, o bien por medio de un tubo de desprendimiento estrecho y largo, fijado en el centro de la cubierta, si está unido al baño maría, formando cuerpo con el mismo. La evaporación debe ser libre, es decir, que el baño maría no debe estar colocado bajo cierres ni en una corriente de aire. La distancia entre el fondo de las cápsulas y el nivel del agua del baño-maría debe ser de cinco a seis centímetros. Al colocar la cápsula el agua del baño maría debe estar ya en ebullición, y ésta debe mantenerse durante seis horas consecutivas al cabo de cuyo tiempo se retira la cápsula, se seca rápida y esmeradamente su fondo, se deja enfriar bajo un desecador y se pesa. Del peso encontrado se deduce el de la cápsula, se multiplica por 50 el resultado, y la cifra obtenida representa, en gramos, el peso del extracto seco a 100° por litro de vino.

Para la determinación del extracto seco por este método pueden emplearse, en vez de cápsulas de platino, las de cuarzo fundido y transparente, cuyas dimensiones interiores sean las que se han indicado para las de platino.

#### IV.—DETERMINACIÓN DE LA ACIDEZ TOTAL

Se toman 10 c. c. de vino por medio de una pipeta y se echan en un vaso de fondo plano. Se calienta hasta que comienza la ebullición, con el objeto de desalojar el anhídrido carbónico, y se deja enfriar. Se añaden cinco o seis gotas de una solución alcohólica de fenolftaleína. Se toma una bureta dividida hasta décimas de centímetro cúbico; se lava primero con agua destilada, y luego, por dos veces, por lo menos, con la solución decinormal de sosa que luego se va a emplear, haciendo que los líquidos de loción salgan por la extremidad afilada de la bureta. Luego se llena la bureta algo más arriba del cero con la solución decinormal de sosa, se abre rápidamente la pinza de la bureta, al objeto de que el tubo de salida esté completamente lleno de líquido, sin que quede burbuja de aire; luego se enrassa el líquido con el cero de la bureta. Se coloca el vaso que contiene el vino debajo de la bureta y encima de un papel blanco y se le va añadiendo gota a gota la sosa fijándose en la variación de color que va experimentando el vino, y, cuando este color sea el verde oscuro, entonces se añade una gota más de la solución alcalina, y con una varilla se procede al toque del vino con un papel de tornasol sensible; si se vuelve rojo se añade otra gota, y así se sigue hasta que el papel no varíe de color, lo que nos indicará que los ácidos del vino están completamente neutralizados. Se lee el número de centímetros cúbicos de sosa empleados, los cuales, multiplicados por 0,49, nos darán la acidez total por litro de vino en ácido sulfúrico. Si en vez de expresar la acidez total en ácido sulfúrico interesa expresarla en ácido tártrico, se empleará el coeficiente 0,75 en vez del 0,49.

Si el vino es blanco, se procederá de igual manera; solamente que no habrá necesidad de proceder al toque, sino que se irá añadiendo el líquido alcalino hasta que se obtenga el color rosa persistente. Con el número de centímetros cúbicos empleados se operará como en el caso anterior.

Para pasar de la acidez total expresada en ácido sulfúrico a la acidez total expresada en ácido tártrico bastará multiplicar la primera por el coeficiente 1,53.

La acidez total se expresará en los boletines en ácido sulfúrico y en ácido tártrico con una cifra decimal.

La tabla que sigue da directamente la acidez en sulfúrico, en tártrico y en acético, según el número de centímetros cúbicos y décimas de centímetro cúbico de sosa N/10 empleados desde un centímetro cúbico hasta 10 c. c.

**Tabla IV, que da la acidez por litro en ácidos sulfúrico, tártico y acético, según el número de centímetros cúbicos de sosa N/10 empleados, operando sobre 10 centímetros cúbicos de vino**

Sosa N/10 empleada cm <sup>3</sup>	Gramos por litro de acidez		Sosa N/10 empleada		Gramos por litro de acidez		Sosa N/10 empleada		Gramos por litro de acidez		Sosa N/10 empleada		
	En sulfúrico	En tártico	En sulfúrico	En tártico	En acético	En sulfúrico	En tártico	En acético	En sulfúrico	En tártico	En acético	En sulfúrico	
0,1	0,049	0,075	2,6	1,274	1,950	1,56	5,1	2,499	3,825	3,06	7,6	3,724	
0,2	0,093	0,150	2,7	1,323	2,025	1,62	5,2	2,548	3,900	3,12	7,7	3,773	
0,3	0,147	0,225	2,8	1,372	2,100	1,68	5,3	2,597	3,975	3,18	7,8	3,822	
0,4	0,190	0,300	2,9	1,421	2,175	1,74	5,4	2,646	4,050	3,24	7,9	3,871	
0,5	0,245	0,375	3,0	1,470	2,250	1,80	5,5	2,695	4,125	3,30	8,0	3,920	
0,6	0,294	0,450	3,1	1,519	2,325	1,86	5,6	2,744	4,200	3,36	8,1	3,969	
0,7	0,343	0,525	3,2	1,568	2,400	1,92	5,7	2,793	4,275	3,42	8,2	4,018	
0,8	0,392	0,600	3,3	1,617	2,475	1,98	5,8	2,842	4,350	3,48	8,3	4,067	
0,9	0,441	0,675	3,4	1,666	2,550	2,04	5,9	2,891	4,425	3,54	8,4	4,116	
1,0	0,490	0,750	3,5	1,715	2,625	2,10	6,0	2,940	4,500	3,60	8,5	4,165	
1,1	0,539	0,825	3,6	1,764	2,700	2,16	6,1	2,989	4,575	3,66	8,6	4,214	
1,2	0,588	0,900	3,7	1,813	2,775	2,22	6,2	3,038	4,650	3,72	8,7	4,263	
1,3	0,637	0,975	3,8	1,862	2,850	2,28	6,3	3,087	4,725	3,78	8,8	4,312	
1,4	0,686	1,050	3,9	1,911	2,925	2,34	6,4	3,136	4,800	3,84	8,9	4,361	
1,5	0,735	1,125	4,0	1,960	3,000	2,40	6,5	3,185	4,875	3,90	9,0	4,410	
1,6	0,784	1,200	0,96	4,1	2,009	3,075	2,46	6,6	3,234	4,950	3,96	9,1	4,459
1,7	0,833	1,275	1,02	4,2	2,058	3,150	2,52	6,7	3,283	5,025	4,02	9,2	4,508
1,8	0,882	1,350	1,08	4,3	2,107	3,225	2,58	6,8	3,332	5,100	4,08	9,3	4,557
1,9	0,931	1,425	1,14	4,4	2,156	3,300	2,64	6,9	3,381	5,175	4,14	9,4	4,606
2,0	0,980	1,500	1,20	4,5	2,205	3,375	2,70	7,0	3,430	5,250	4,20	9,5	4,655
2,1	1,029	1,575	1,26	4,6	2,254	3,450	2,76	7,1	3,479	5,325	4,26	9,6	4,704
2,2	1,078	1,650	1,32	4,7	2,303	3,125	2,82	7,2	3,528	5,400	4,32	9,7	4,753
2,3	1,127	1,725	1,38	4,8	2,352	3,600	2,88	7,3	3,577	5,475	4,38	9,8	4,802
2,4	1,176	1,800	1,44	4,9	2,401	3,675	2,94	7,4	3,626	5,550	4,44	9,9	4,851
2,5	1,225	1,875	1,50	5,0	2,450	3,750	3,00	7,5	3,675	5,625	4,50	10,0	4,900

En el caso de que los centímetros cúbicos de **sosa** empleados fueran mayor que 10, por ejemplo, 14, bastará sumar la acidez correspondiente a 10 c. c. = 4,9, con la que corresponde a 4 = 1,96, y nos dará un total de  $4,9 + 1,96 = 6,86$ , o sea 6.9 en ácido sulfúrico, etc.

#### V.—DETERMINACIÓN DE LA ACIDEZ VOLÁTIL

Entre los diversos procedimientos que existen para la determinación de la acidez volátil en los vinos hemos aceptado los dos siguientes:

*Método alemán.*—Se miden 50 c. c. de vino, que se introducen en un matraz redondo de unos 200 c. c. de capacidad, el cual se cierra con un tapón de caucho con dos orificios, por uno de los cuales le atraviesa un tubo de vidrio afilado en el extremo, que va hasta casi al fondo del matraz, y por el otro extremo, doblado en ángulo, se une por medio de un trozo de tubo de caucho, con otro de vidrio, también acodado, y que va a parar a otro matraz de un litro de capacidad; por el segundo orificio del tapón entra otro tubo de vidrio que se une a un refrigerante Liebig, en cuya otra extremidad se coloca un recipiente de unos 300 c. c. de capacidad, con un trazo que marca 200 c. c. El matraz que contiene el agua lleva también un tubo de seguridad.

Para operar se comienza por incomunicar los dos matraces, empleando una pinza que se dispone en el tubo de caucho; se calientan ambos matraces, procurando que el agua del matraz comience a hervir cuando hayan ya destilado próximamente unos 25 c. c. del vino. En este momento se abre la pinza y se hace que circule el vapor de agua a través del vino, procurando que la corriente de vapor sea viva, y graduándola de tal modo que no aumente sensiblemente el volumen de los 25 c. c. de líquido que hay en el matraz pequeño, y así se sigue la operación hasta que se obtenga una cantidad de destilado algo superior a 200 c. c. A este líquido destilado se le añaden unas cinco gotas de fenolftaleína y se valora la acidez con la sosa al décimo, como en el caso anterior.

La acidez volátil se expresará en gramos y decigramos de ácido acético.

La tabla siguiente da directamente la acidez volátil por litro de vino en ácido acético, sulfúrico y tártrico por centímetro cúbico y décimas de centímetro cúbico de sosa, décima normal empleados:

**Tabla V, que da la acidez por litro de vino en ácidos acético, sulfúrico y tártrico, según el número de centímetros cúbicos y décimas de centímetro cúbico de sosa N/10 empleados operando con 50 c. c. de vino.**

Cm <sup>3</sup>	Sosa N/10 empleada		Gramos por litro de ácidez		Sosa N/10 empleada		Gramos por litro de ácidez		Sosa N/10 empleada		Gramos por litro de ácidez	
	En acético	En sulfúrico	—		En acético	En sulfúrico	—		En acético	En sulfúrico	—	
			Cm <sup>3</sup>	Cm <sup>3</sup>			Cm <sup>3</sup>	Cm <sup>3</sup>			Cm <sup>3</sup>	Cm <sup>3</sup>
0,1	0,012	0,0098	0,015	2,6	0,312	0,255	0,340	5,1	0,612	0,500	0,765	7,6
0,2	0,024	0,0196	0,030	2,7	0,324	0,265	0,405	5,2	0,624	0,510	0,780	7,7
0,3	0,036	0,0294	0,045	2,8	0,336	0,274	0,420	5,3	0,636	0,519	0,795	7,8
0,4	0,048	0,0392	0,060	2,9	0,348	0,284	0,435	5,4	0,648	0,529	0,810	7,9
0,5	0,060	0,0490	0,075	3,0	0,360	0,296	0,450	5,5	0,660	0,539	0,825	8,0
0,6	0,072	0,0588	0,090	3,1	0,372	0,304	0,465	5,6	0,672	0,549	0,840	8,1
0,7	0,084	0,0686	0,105	3,2	0,384	0,314	0,480	5,7	0,684	0,559	0,855	8,2
0,8	0,096	0,0784	0,120	3,3	0,396	0,323	0,495	5,8	0,696	0,568	0,870	8,3
0,9	0,108	0,0882	0,135	3,4	0,408	0,333	0,510	5,9	0,708	0,578	0,885	8,4
1,0	0,120	0,098	0,150	3,5	0,420	0,343	0,525	6,0	0,720	0,588	0,900	8,5
1,1	0,132	0,108	0,165	3,6	0,432	0,353	0,540	6,1	0,732	0,598	0,915	8,6
1,2	0,144	0,118	0,180	3,7	0,444	0,363	0,555	6,2	0,744	0,608	0,930	8,7
1,3	0,156	0,127	0,195	3,8	0,456	0,372	0,570	6,3	0,756	0,617	0,945	8,8
1,4	0,168	0,137	0,210	3,9	0,468	0,382	0,585	6,4	0,768	0,627	0,960	8,9
1,5	0,180	0,147	0,225	4,0	0,480	0,392	0,600	6,5	0,780	0,637	0,975	9,0
1,6	0,192	0,157	0,240	4,1	0,492	0,402	0,615	6,6	0,792	0,647	0,990	9,1
1,7	0,204	0,167	0,255	4,2	0,504	0,412	0,630	6,7	0,804	0,657	1,005	9,2
1,8	0,216	0,176	0,270	4,3	0,516	0,421	0,645	6,8	0,816	0,666	1,020	9,3
1,9	0,228	0,186	0,285	4,4	0,528	0,431	0,660	6,9	0,828	0,676	1,035	9,4
2,0	0,240	0,196	0,300	4,5	0,540	0,441	0,675	7,0	0,840	0,686	1,050	9,5
2,1	0,252	0,206	0,315	4,6	0,552	0,451	0,690	7,1	0,852	0,696	1,065	9,6
2,2	0,264	0,216	0,330	4,7	0,564	0,461	0,705	7,2	0,864	0,706	1,080	9,7
2,3	0,276	0,225	0,345	4,8	0,576	0,470	0,720	7,3	0,876	0,715	1,095	9,8
2,4	0,288	0,235	0,360	4,9	0,588	0,480	0,735	7,4	0,888	0,725	1,110	9,9
2,5	0,300	0,245	0,375	5,0	0,600	0,490	0,750	7,5	0,900	0,735	1,125	10,0

Cuando el número de centímetros cúbicos de sosa N/10 empleados haya sido superior a 10, se empleará la tabla anterior del modo como se ha indicado para el caso análogo en la tabla IV.

Si el vino presenta una acescencia muy marcada (superior a dos gramos por litro en acético), para aplicar el procedimiento que acabamos de indicar se operará solamente sobre 25 c. c. de vino, que se adicionarán del mismo volumen de agua destilada.

En este caso, los resultados dados por las tablas anteriores deberán ser multiplicados por 2.

*Método Mathieu.*—Es bastante más rápido que el anterior, y puede emplearse especialmente para las transacciones comerciales o cuando se disponga de poco vino.

Para ponerlo en práctica se emplea un aparato que consta de un matraz de fondo redondeado de unos 50 c. c. de capacidad y de boca ancha, tapado por un tapón de caucho de dos agujeros, por uno de los cuales atraviesa un tubo que comunica con un serpentín, colocado dentro de un refrigerante, y por el otro, un tubo con llave que termina en una parte ensanchada en forma de embudo.

Para operar se introduce en el matraz 10 c. c. de vino; se hace hervir hasta que se obtengan cuatro centímetros cúbicos de destilado, que se recogen en una probeta graduada; luego se dejan enfriar un poco y, abriendo la llave, se introducen en el matraz seis centímetros cúbicos de agua destilada y se hace hervir de nuevo hasta obtener otros ocho centímetros cúbicos de destilado, y se repite la operación otras dos veces, recogiendo en cada uno seis centímetros cúbicos, obteniéndose así, en total, 24 c. c. con cuatro destilaciones sucesivas.

En este líquido destilado se determina el número de centímetros cúbicos de sosa N/10 que hacen falta para neutralizarlo; a este número de centímetros cúbicos se le añade su décima parte, y con los centímetros cúbicos de sosa al décimo resultantes se determina la acidez por la tabla IV, puesto que hemos operado con 10 c. c. de vino.

La acidez volátil se expresará, en los boletines de análisis, en ácido acético, con una decimal.

#### VI.—DETERMINACIÓN DE LAS MATERIAS MINERALES

1.<sup>o</sup> *Método por incineración.*—Cincuenta centímetros cúbicos de vino colocados en una cápsula de platino de fondo plano se ponen a evaporar al baño maría; se carboniza el residuo sobre una pequeña

llama hasta que no desprenda vapores, evitando el calentar demasiado fuerte para que no haya pérdidas por proyección. Se introduce la cápsula en un horno de mufla y se incinera a temperatura no superior al rojo naciente; cuando la incineración es completa se deja enfriar la cápsula en un desecador, se pesa rápidamente y, deduciendo la tara, el resultado, multiplicado por 20, dará la proporción de cenizas por litro.

Si la incineración se hace con dificultad, se humedecen las cenizas aún carbonosas con algunos centímetros cúbicos de agua destilada; se deseca y se calienta de nuevo al rojo naciente, pudiendo repetirse esta operación hasta la desaparición completa del residuo carbonoso. El peso de las cenizas se expresará en los boletines, aproximadamente, con dos decimales.

2. *Método electroquímico de Dutoit et Duboux* (1). Es muy rápido y suficientemente exacto, en general, para emplearlo una vez determinada la conductibilidad eléctrica específica del vino a 25°, y conocido su grado de alcohol se aplicará la fórmula

$$C = \frac{(m \times 10^5 + n)(1 + 20)}{3340}$$

en la cual:

*C* Cantidad de materias minerales en gramos por litro.

*m* Conductibilidad específica del vino a 25°.

*n* Coeficiente de corrección, variable con *m*.

*A* Alcohol, en volumen por 100.

Los valores de *n* vienen dados por la siguiente tabla:

Cuando <i>m</i> × 10 <sup>5</sup> está comprendido entre	<i>n</i> =
125-149.....	3
150-174.....	6
175-199.....	0
200-224.....	12
225-249.....	15
250-274.....	18
275-299.....	22
300-324.....	26
325-349.....	30
350-374.....	34
375-399.....	38
400-424.....	42
425-449.....	46
450-474.....	50



(1) Para la técnica de este método véase la obra *L'analyse des vins par volumétrie physicochimique*, de MM. Dutoit et Duboux. Lausanne, 1912.

## VII.—DETERMINACIÓN DE LOS SULFATOS

*Método aproximado fijando límites (mayor o menor que un gramo y mayor o menor que dos gramos por litro).*—En un tubo de ensayo se ponen 10 c. c. de vino y se añaden uno o dos centímetros cúbicos de líquido gipsométrico especial (cuya preparación se indica en el sitio correspondiente), según se quiera determinar el primero o segundo límite; se agita y se filtra sobre un pequeño embudo, recogiendo el líquido filtrado en otro tubo de ensayo y repitiendo la filtración hasta que el líquido recogido resulte completamente brillante.

A este líquido se añaden un par de gotas de licor gipsométrico; si el líquido no se enturbia, aun después de agitar, la cantidad de sulfatos del mismo será inferior o a lo más igual al límite que se investiga; si se produce enturbiamiento, la cantidad de sulfatos será superior a dicho límite.

*Método gravimétrico.*—Cincuenta centímetros cúbicos de vino acidulado con un centímetro cúbico de ácido clorhídrico y colocados en un vaso de Bohemia se calienta sobre una tela metálica; cuando están en ebullición, se añaden cinco centímetros cúbicos de una solución de cloruro bárico al 10 por 100 (cantidad, en general, suficiente para precipitar todos los sulfatos); se deja hervir durante algunos instantes y reposar después en caliente cuatro o cinco horas.

Se recoge el precipitado de sulfato de barita sobre un filtro de cenizas conocidas y se lava repetidas veces con agua caliente hasta que las aguas de lavado no se enturbien con el nitrato de plata.

Se desecan filtro y precipitado, y luego se calcinan e incineran en una cápsula o crisol de platino.

Se humedece el contenido de la cápsula con un poco de ácido sulfúrico, se deja evaporar éste y, calcinando ligeramente, se pesa, después de dejar enfriar la cápsula en un desecador.

El peso de sulfato de barita, multiplicado por 14,94, dará la cantidad de sulfato por litro expresado en sulfato potásico.

Los sulfatos se expresarán en el boletín de análisis con una decimal.

*Método electroquímico.*—Se colocan 50 c. c. de vino en el vaso electrolítico y se construye la gráfica, resultando de las adiciones sucesivas de cantidades conocidas de una solución de hidrato de barita N. 4.

El número de centímetros cúbicos de barita gastados hasta hallar el mínimo de la gráfica, multiplicado por 0,435, dará la cantidad de sulfatos, expresados en gramos de sulfato potásico por litro.

Para la técnica de este método véase la obra *L'analyse des vins par volumetrie physicochimique*, de MM. Dutoit y Duboux. Lausanne, 1912.

### VIII.—DETERMINACIÓN DE LAS MATERIAS REDUCTORAS

En determinaciones exactas deberá hacerse la determinación del azúcar reductor por el método gravimétrico; el volumétrico se empleará solamente en determinaciones aproximadas o para ensayos previos.

*Método gravimétrico.*—a) *Preparación del vino.* — Se toman 100 centímetros cúbicos de vino y se neutralizan exactamente con una solución de sosa cáustica; se evapora el líquido hasta reducir su volumen al tercio del primitivo; se trasvaza el residuo a un matraz calibrado de 100 c. c.; se deja enfriar y se completa el volumen hasta 100 centímetros cúbicos con agua destilada; se añaden 10 c. c. de subacetato de plomo y se filtra sobre filtro seco. A 80 c. c. del líquido filtrado se añaden 7,3 c. c. de una solución saturada (a 20° C. de temperatura) de sulfato de sodio, para precipitar el exceso de plomo, y se agitará y se filtrará. Este líquido filtrado es el que se empleará para la determinación del azúcar; pero como con las operaciones anteriores el volumen del vino ha aumentado en un quinto, habrá que tenerlo en cuenta al hacer el cálculo de la cantidad de azúcar que dicho vino contiene.

b) *Determinación del azúcar.*—El vino no debe contener para esta determinación más de un gramo de azúcar en 100 c. c.; debe, pues, hacerse un ensayo previo por el método volumétrico (que abajo se describe), para determinar aproximadamente la cantidad de azúcar; si esta cantidad fuese superior a la fijada anteriormente, se diluirá con agua destilada el vino decolorado, según a), en la proporción conveniente, para que el tanto por ciento de azúcar no pase del límite señalado.

Se ponen en una cápsula de porcelana 50 c. c. de líquido Fehling (véase la preparación de este líquido en el sitio correspondiente) y 25 centímetros cúbicos de agua destilada, se hace hervir, y cuando está el líquido en plena ebullición se añaden 25 c. c. del vino preparado como se ha dicho; se mantiene la ebullición durante dos minutos exactamente y se filtra en caliente sobre amiante en un crisol de Gooch o en un tubo de Allihn previamente tarados; se lava sucesivamente el precipitado con agua destilada hirviendo, con alcohol y con éter, y se oxida el precipitado de óxido de cobre, calentándolo al rojo sombra en una corriente de aire; se obtiene el óxido de cobre formado pesando el crisol o tubo, y deduciéndose de este peso la tara anteriormente hallada; el peso del óxido de cobre formado, multiplicado por el coeficiente 0,799, nos dará el cobre existente en dicho óxido, y se buscará la cantidad de azúcar reductor que corresponde al peso de cobre hallado en la tabla VI, que más abajo se consigna. (Páginas 40 y 41.)

Tabla VI para la determinación de las mat.

Cobre	Azúcar reductor						
<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>	<i>Mg.</i>
10	6,1	63	32,3	110	60,7	169	89,2
11	6,6	64	32,8	117	61,2	170	89,7
12	7,1	65	33,3	118	61,7	171	90,3
13	7,6	66	33,8	119	62,3	172	90,8
14	8,1	67	34,3	120	62,8	173	91,4
15	8,6	68	34,8	121	63,3	174	91,9
16	9,0	69	35,3	122	63,9	175	92,4
17	9,5	70	35,8	123	64,4	176	93,0
18	10,0	71	36,3	124	64,9	177	93,5
19	10,5	72	36,8	125	65,5	178	94,1
20	11,0	73	37,3	126	66,0	179	94,6
21	11,5	74	37,8	127	66,5	180	95,2
22	12,0	75	38,3	128	67,1	181	95,7
23	12,5	76	38,8	129	67,6	182	96,2
24	13,0	77	39,3	130	68,1	183	96,8
25	13,5	78	39,8	131	68,7	184	97,3
26	14,0	79	40,4	132	69,2	185	97,8
27	14,5	80	40,8	133	69,7	186	98,4
28	15,0	81	41,3	134	70,3	187	99,0
29	15,5	82	41,8	135	70,3	188	99,5
30	16,0	83	42,3	136	71,3	189	100,1
31	16,5	84	42,8	137	71,9	190	100,6
32	17,0	85	43,4	138	72,4	191	101,2
33	17,5	86	43,9	139	72,9	192	101,7
34	18,0	87	44,4	140	73,5	193	102,3
35	18,5	88	44,9	141	74,0	194	102,9
36	18,9	89	45,4	142	74,5	195	103,4
37	19,4	90	46,9	143	75,1	196	104,0
38	19,9	91	47,4	144	75,6	197	104,6
39	20,4	92	47,9	145	76,1	198	105,1
40	20,9	93	48,4	146	76,7	199	105,7
41	21,4	94	48,9	147	77,2	200	106,3
42	21,9	95	49,5	148	77,8	201	106,8
43	22,4	96	50,0	149	78,3	202	107,4
44	22,9	97	50,5	150	78,9	203	107,9
45	23,4	98	51,1	151	79,4	204	108,7
46	23,9	99	51,6	152	80,0	205	109,1
47	24,4	100	52,1	153	80,5	206	109,6
48	24,9	101	52,7	154	81,0	207	110,2
49	25,4	102	53,2	155	81,6	208	110,8
50	25,9	103	53,7	156	82,1	209	111,3
51	26,4	104	54,3	157	82,7	210	111,9
52	26,9	105	54,8	158	83,2	211	112,5
53	27,4	106	55,3	159	83,8	212	113,0
54	27,9	107	55,9	160	84,3	213	113,6
55	28,4	108	56,4	161	84,8	214	114,2
56	28,3	109	56,9	162	85,4	215	114,7
57	29,8	110	57,5	163	85,9	216	115,3
58	29,3	111	58,0	164	86,5	217	115,8
59	30,8	112	58,5	165	87,0	218	116,4
60	30,3	113	59,1	166	87,6	219	117,0
61	31,8	114	59,6	167	88,1	220	117,5
62	31,8	115	60,1	168	88,6	221	118,1

as reductoras por el método gravimétrico.

Cobre	Azúcar reductor						
$Mg.$	$Mg.$	$Mg.$	$Mg.$	$Mg.$	$Mg.$	$Mg.$	$Mg.$
222	118,7	275	149,0	328	180,4	381	213,0
223	119,2	276	149,5	329	181,0	382	213,6
224	119,8	277	150,1	330	181,6	383	214,3
225	120,4	278	150,7	331	182,2	384	214,9
226	120,9	279	151,3	332	182,8	385	215,5
227	121,5	280	151,9	333	183,5	386	216,1
228	122,1	281	152,5	334	184,1	387	216,8
229	122,6	282	153,1	335	184,7	388	217,4
230	123,1	283	153,7	336	185,4	389	218,0
231	123,7	284	154,3	337	186,0	390	218,7
232	124,3	285	154,9	338	186,6	391	219,3
233	124,9	286	155,5	339	187,2	392	219,9
234	125,5	287	156,1	340	187,8	393	220,5
235	126,0	288	156,7	341	188,4	394	221,2
236	126,6	289	157,2	342	189,0	395	221,8
237	127,2	290	157,8	343	189,6	396	222,4
238	127,8	291	158,4	344	190,2	397	223,1
239	128,3	292	159,0	345	190,8	398	223,7
240	128,9	293	159,6	346	191,4	399	224,3
241	129,5	294	160,2	347	192,0	400	224,9
242	130,0	295	160,8	348	192,6	401	225,7
243	130,6	296	161,4	349	193,2	402	226,4
244	131,2	297	162,0	350	193,8	403	227,1
245	131,8	298	162,6	351	194,4	404	227,8
246	132,3	299	163,2	352	195,0	405	228,6
247	132,9	300	163,8	353	195,6	406	229,3
248	133,5	301	164,4	354	196,2	407	230,0
249	134,0	302	165,0	355	196,8	408	230,7
250	134,6	303	165,6	356	197,4	409	231,4
251	135,2	304	166,2	357	198,0	410	232,1
252	135,8	305	166,8	358	198,6	411	232,8
253	136,3	306	167,3	359	199,2	412	233,5
254	136,9	307	167,9	360	199,8	413	234,3
255	137,5	308	168,5	361	200,4	414	235,0
256	138,1	309	169,1	362	201,1	415	235,7
257	138,6	310	169,7	363	201,7	416	236,4
258	139,2	311	170,3	364	202,3	417	237,1
259	139,8	312	170,9	365	203,0	418	237,8
260	140,4	313	171,5	366	203,6	419	238,5
261	140,9	314	172,1	367	204,2	420	239,2
262	141,5	315	172,7	368	204,8	421	239,9
263	142,1	316	173,3	369	205,5	422	240,6
264	142,7	317	173,9	370	206,1	423	241,3
265	143,2	318	174,5	371	206,7	424	242,0
266	143,8	319	175,1	372	207,3	425	242,7
267	144,4	320	175,6	373	208,0	426	243,4
268	144,9	321	176,2	374	208,6	427	244,1
269	145,5	322	176,8	375	209,2	428	244,9
270	146,1	323	177,4	376	209,9	429	245,6
271	146,7	324	178,0	377	210,5	430	246,3
272	147,2	325	178,6	378	211,1	431	247,0
273	147,8	326	179,2	379	211,7	432	247,7
274	148,4	327	179,8	380	212,4		

Esta cantidad de azúcar es la que existe en los 25 c. c. del líquido empleado; se calculará la cantidad que corresponde al litro de vino, teniendo en cuenta el aumento de volumen de 1,5 por la preparación del vino y la dilución en el caso que se haya efectuado. El resultado se expresará en los boletines, en gramos por litro, con una cifra decimal.

*Método volumétrico aproximado.*—El vino se prepara según se ha explicado para el método gravimétrico a).

Se dispone una serie de tubos Violet (tubos de ensayo de unos dos centímetros de diámetro y 25 cm. de altura), y en cada uno de ellos se ponen cinco centímetros cúbicos del vino decolorado; en el primer tubo se añaden 1/2 c. c. de líquido Fehling; en el segundo, un centímetro cúbico; en el tercero, 1,5, etc.; se introducen todos los tubos Violet en un baño maría hirviendo hasta que todo el óxido de cobre formado se haya precipitado; se deja reposar hasta que el líquido esté completamente claro y se determina por comparación en cuál de los tubos es mayor la decoloración (en aquel en que no se note ni el color azul ni amarillo, exceso o defecto de licor Fehling); anotando el número de centímetros cúbicos de líquido Fehling gastados en dicho tubo, se deducirá la cantidad de azúcar reductor que el vino contiene, teniendo en cuenta que un centímetro cúbico de dicho líquido Fehling corresponde a 1,20 gr. de azúcar por litro.

El resultado se expresará en gramos y medios gramos de azúcar reductor por litro.

En el caso de que se quiera llevar algo más lejos la relativa exactitud de este método, puede añadirse el líquido Fehling aumentando en cada tubo 1/10 c. c. en lugar de 1/2 c. c., como se ha explicado.

Puede operarse también, volumétrica y aproximadamente, con una bureta, dividida en décimas de centímetro cúbico, que contenga el vino decolorado y reduciendo con él el líquido de Fehling dispuesto en tubo de Violet.

#### IX.—DETERMINACIÓN DEL GAS SULFUROSO TOTAL

*Método aproximado o preliminar.*—Es utilizable sólo para vinos blancos y rosados, y se aplicará en todos los casos en que no se requiera gran precisión o se sospeche que la cantidad de gas sulfuroso no está muy próxima a los límites admitidos.

Se medirán con una pipeta 20 c. c. de vino, que se introducirán en una pequeña botella, o mejor en un tubo ancho con bola, cerrado por

un extremo; se añadirán 10 c. c. de una solución alcalina, se cerrará el tubo o botella, se agitará el líquido, invirtiéndolo cuatro o cinco veces, y se dejará en reposo durante quince minutos, al cabo de los cuales se añadirán cinco centímetros cúbicos de una solución de ácido sulfúrico y un poco de solución de engrudo de almidón.

Inmediatamente se verterá sobre el vino, de centímetro cúbico en centímetro cúbico primero, y luego gota a gota, una solución de yodo N/10, hasta que persista la coloración azul o violada producida por yoduro de almidón, procurando a cada nueva adición cerrar el tubo y agitarlo, invirtiéndolo dos o tres veces.

El número de centímetros cúbicos de líquido de iodo empleados, multiplicado por el factor 32, dará, en miligramos por litro, el anhídrido sulfuroso total contenido en el vino.

Para la preparación de los reactivos indicados, véase el lugar correspondiente.

*Método exacto.*—Se aplicará cuando se requiera gran precisión en la determinación o cuando la cantidad hallada en el ensayo volumétrico pueda inducir a dudas respecto a si se halla por encima o debajo del límite admitido por las leyes.

Deberá aplicarse siempre para los vinos tintos.

El método a seguir será el de Haas.

Se preparará un aparato destilatorio compuesto de un matraz de unos 400 c. c., cerrado por un tapón de caucho atravesado por tres tubos de vidrio, uno de ellos que llegará hasta el fondo del matraz, permitiendo la comunicación a voluntad (mediante espita o pinza) con un aparato productor de gas carbónico; el segundo tubo será un tubo embudo, cerrado con un tapón de caucho, y el tercero será simplemente de desprendimiento, en comunicación con un refrigerante, en cuya parte terminal del serpentin se adaptará un tubo de absorción, cuya extremidad afilada se introducirá en un matraz de 250 c. c. hasta tocar el fondo.

Se empezará por expulsar al aire del aparato mediante una corriente de gas carbónico, luego se introducirá en el matraz una solución de yodo N/50 en cantidad algo superior a la que el ensayo volumétrico preliminar haya indicado ser necesaria, bastando en general unos 50 c. c.; seguidamente se verterá por el tubo embudo 100 c. c. de vino medidos con una pipeta, y después cinco centímetros cúbicos de ácido fosfórico siruposo, cerrando finalmente dicho tubo embudo.

Se calentará al propio tiempo que se hará pasar una débil co-

rriente de gas carbónico y se llevará la destilación hasta reducción a la mitad del volumen del vino. El ácido sulfuroso pasa con el destilado, siendo oxidado por el iodo y transformado en ácido sulfúrico. Si durante la destilación el líquido del matraz quedase casi descolorado, inmediatamente se añadirá una cantidad prudencial de solución de iodo.

Se desalojará, por suave ebullición, el exceso de iodo del contenido del matraz, se acidulará con ácido clorhídrico, precipitará por el cloruro bárico, filtrará, lavará, calcinará y pesará. Multiplicando el peso neto por 2.7455, se tendrá, en gramos por litro, el anhídrido sulfuroso total. Esta cifra deberá indicarse en los boletines en gramos con tres decimales.

#### X.—DETERMINACIÓN DEL GAS SULFUROSO LIBRE

*Método aproximado o preliminar.*—Es utilizable únicamente para los vinos blancos y rosados, y se aplicará siempre que no se requiera gran precisión o se sospeche que la cantidad de gas sulfuroso no está muy próxima a los límites admitidos.

Se medirán 50 c. c. de vino y se introducirán en un matraz de cuello largo de unos 100 c. c. de capacidad, procurando mantener la extremidad de la pipeta cerca del fondo, de manera que no se produzca aireación del vino. Se añadirán 10 c. c. de una solución de ácido sulfúrico (obtenida mezclando un volumen de ácido con dos de agua) y 10 ó 12 gotas de una solución de almidón.

Inmediatamente se verterá sobre el vino, gota a gota, una solución de iodo N. 50, hasta que la coloración azul o violeta producida por el yoduro de almidón persista durante algunos instantes luego de haber agitado el líquido cuatro o cinco veces.

Esta determinación debe llevarse lo más rápidamente posible.

El número de centímetros cúbicos de líquido de iodo empleados, multiplicado por el factor 12,8, dará, en miligramos por litro, el anhídrido sulfuroso libre contenido en el vino.

*Método exacto.*—Se aplicará cuando se requiera gran precisión en la determinación o cuando la cifra hallada en el preliminar se halle muy cerca o en límite de la dosis admitida por las leyes. Deberá aplicarse siempre para los vinos tintos.

Se determinará, por un primer ensayo, el anhídrido sulfuroso total por el método de Haas, que antes se ha descrito; por un segundo ensayo con el mismo aparato, pero aplicando el método Mathieu

y Billon, se hallará el combinado. La diferencia entre los dos ensayos dará el anhídrido sulfuroso libre.

El anhídrido sulfuroso combinado se determinará, según dicho método, ya directamente en el líquido destilado, ya por diferencia en el residuo de la destilación. Se operará del modo siguiente:

Se introducirán en un matraz de unos 250 c. c. 30 ó 40 c. c. de la solución de yodo N/50, cuyo matraz se colocará debajo del tubo de bola o de absorción del aparato, de forma que su extremo afilado quede sumergido en la solución de yodo; se dará paso a la corriente de anhídrido carbónico durante algunos minutos, para que quede expulsado todo el aire del aparato y no pueda actuar sobre el gas sulfuroso del vino oxidándolo.

Mientras dura esta operación preliminar se medirán 10 c. c. de vino a ensayar, se introducirán en un pequeño matraz, se añadirán algunas gotas de engrudo de almidón y se dejará caer de una bureta la solución de yodo N/50 hasta que aparezca muy netamente la coloración azul, no importando que se pase del límite. Sea  $n$  el número de centímetros cúbicos gastados.

Se tomarán 100 c. c. de vino y se introducirán en el balón o matraz del aparato por el tubo-embudo, se añadirán dos centímetros cúbicos de ácido clorhídrico; luego  $10 \times n$  de líquido de yodo, y al cabo de algunos minutos,  $10 \times n$  de la solución de arsenito de sodio (véase en su lugar correspondiente la preparación de este líquido). Inmediatamente se cerrará el tubo-embudo.

Se dejará actuar el arsenito durante algunos minutos y se destilará hasta reducir a una mitad el volumen total. Se cesará de calentar (en este momento se tomarán precauciones para evitar la absorción del líquido del matraz), y se retirará el matraz junto con el tubo de absorción, el cual se lavará con agua destilada, añadiendo las aguas de lavado al líquido destilado.

Sobre el producto destilado se determinarán los sulfatos por el método clásico gravimétrico al estado de sulfato bárico, después de haber desaloado previamente el yodo en exceso por ebullición suave.

El peso del sulfato, multiplicado por 2,7455, da en gramos por litro el peso de anhídrido sulfuroso combinado.

Como comprobación de este resultado, se determinarán los sulfatos en el residuo de la destilación del gas sulfuroso total (método de Haas), lo que nos dará el peso de los sulfatos existentes en el vino; por otra parte, se determinarán los sulfatos en el residuo de la des-

tilación del gas sulfuroso combinado. La diferencia dará los sulfatos procedentes de la oxidación del gas sulfuroso libre, los cuales, expresados en  $\text{SO}_2$ , darán las dosis de anhídrido sulfuroso libre por litro.

La media entre las dos cifras halladas deberá aceptarse como resultado final de esta determinación.

Si durante la destilación se observase que el iodo del matraz que recibe el destilado se decolora excesivamente, se añadirán algunos centímetros cúbicos más de la solución de iodo.

En los vinos dulces y mostos deberá recogerse un volumen mayor de destilado (1).

El anhídrido sulfuroso libre deberá expresarse en los boletines en gramos con tres cifras decimales.

#### XI.—INVESTIGACIÓN DE LAS MATERIAS COLORANTES

Deberán hacerse los tres ensayos siguientes, que son los adoptados oficialmente en Francia:

1.º Se alcalinizan 50 c. c. del vino a ensayar, se les añade 15 centímetros cúbicos de alcohol amílico, por completo incoloro, y se agita perfectamente. El alcohol amílico no debe colorearse con dicha agitación. Si se conserva incoloro, se decanta, se filtra y se acidifica con el ácido acético, debiendo conservarse también incoloro.

2.º Se trata el vino por una solución de acetato de mercurio (véase en su sitio la preparación) hasta que no cambie de color la laca que se forma, y se añade luego magnesia en cantidad suficiente para que se obtenga un líquido alcalino; se hierva y se filtra. Al líquido filtrado se le añade un pequeño exceso de ácido sulfúrico diluido, con cuya adición dicho filtrado debe conservarse incoloro.

3.º En una cápsula de porcelana de siete a ocho centímetros de diámetro se vierten 50 c. c. del vino a ensayar, se les añade una o dos gotas de ácido sulfúrico al décimo, se sumerge en el vino una hebra de lana blanca, y permaneciendo ésta dentro del líquido, se hierva éste durante cinco minutos, exactamente, añadiendo agua hirviendo a medida que el líquido se va evaporando.

Se retira luego la hebra de lana y se la lava en una corriente de agua.

La hebra, una vez lavada, deberá tener a lo sumo un ligerísimo tinte rosa sucio, y sumergida en el agua amoniacial, deberá tomar un tinte verde sucio poco pronunciado.

(1) *Rapport du V Congrès International d'Chimie appliquée*. Berlin, 1903. VIII Section, volume IV.

Si alguno de los tres ensayos anteriores da resultados diferentes a los indicados, deberá deducirse la existencia de materia colorante no natural en el vino analizado.

Para la investigación del caramelo, véase más adelante.

## XII.—DETERMINACIÓN DEL ÁCIDO TÁRTRICO TOTAL

*Método Pasteur-Reboul.*—Tómense 50 c. c. de vino y adicióneseles dos centímetros cúbicos de una solución de bromuro potásico, siendo evaporados después hasta consistencia de jarabe, de una fluidez tal, que permita la precipitación de los cristales voluminosos de crémor que se formarán.

La cápsula es en seguida cubierta y conservada cuatro o cinco días en local fresco.

Pasado este tiempo, se procederá a efectuar tres o cuatro lavados, con 10 ó 15 c. c. cada uno, con una solución alcohólica a 45°, saturada de bitartrato, y se determina, previa disolución en caliente, la acidez de dichos cristales por medio de líquido de sosa, décimo normal; el número de centímetros cúbicos gastados, multiplicados por 0,2995, dará el número de gramos por litro de ácido tártrico total, que se expresará en los boletines con una decimal.

*Método electroquímico.*—Como el método anterior, es de mucha duración, en los casos en que pueda convenir una determinación rápida y sólo aproximada, se empleará el método MM. Dutoit y Deboux a base de la conductibilidad eléctrica.

Para ello se introducirán en el frasco electrolítico 30 c. c. de vino, ocho de ácido acético glacial, de uno a 1,5 de amoniaco N. de 0,4 a 0,5 c. c. de una solución saturada de acetato de uranilo y 90 c. c. de alcohol.

Se construirá la gráfica correspondiente empleando la barita N/4.

La cantidad de ácido tártrico total, por litro, se obtendrá por la fórmula

$$X = (a \times 33,3 - n) 0,01875,$$

en la que  $a$  representa el número de centímetros cúbicos de reactivo consumidos hasta el punto singular, y  $n$ , el número de centímetros cúbicos por litro que corresponden a los sulfatos del vino, determinados previamente por vía electroquímica con el mismo reactivo.

Consúltese, para la técnica operatoria de este método, la obra ya citada de MM. Dutoit y Deboux.

### XIII.—DETERMINACIÓN DE LA POTASA TOTAL

Pónganse 20 c. c. de vino en una botella cónica (matraz de Erlenmeyer) de fondo plano, de cabida 250 c. c. Añádase un centímetro cúbico de una solución al 10 por 100 de ácido tártrico en agua alcoholizada hasta 20° y 40 c. c. de una mezcla de volúmenes iguales de éter a 60° y de alcohol a 90°; agítense y déjese el matraz en reposo durante tres días a la temperatura ordinaria.

Transcurrido este tiempo, decántese el líquido que contiene el matraz sobre un filtro sin pliegues y lávese éste y el filtro con una pequeña cantidad de la mezcla etéreo alcoholica.

Para eliminar las pequeñas cantidades de ácido tártrico libre que puedan quedar en el filtro, viértanse en los bordes de éste, gota a gota, alcohol de 95°, luego introduzcase el papel filtro en el matraz, añádanse 40 c. c. de agua caliente para disolver el precipitado de bitartrato, que está adherido a las paredes del matraz; manténgase unos instantes a un calor suave, y luego añádase una solución alcoholica de fenolftaleína al 1 por 100. Determinese la acidez con una solución de sosa cáustica N/20.

Del número de centímetros cúbicos de esta solución necesarios para obtener la saturación, multiplicando por 0,47 y añadiendo después 0,2, se obtendrá la cantidad de bitartrato correspondiente a la potasa total.

Para calcular ésta bastará multiplicar por el coeficiente 0,2925

El resultado se expresará en los boletines en gramos por litro, con una decimal.

### XIV.—DETERMINACIÓN DEL ÁCIDO LÁCTICO

Se procederá con arreglo al siguiente método, que es el que se sigue oficialmente en Suiza:

Se vierte en una cápsula de porcelana el residuo de la determinación de los ácidos volátiles, según el método alemán, y se neutraliza exactamente por medio del agua de barita, valiéndose como indicador de papel azolitmina. Se añaden de cinco a 10 c. c. de una solución de cloruro bárico al 10 por 100; se reduce por evaporación hasta 25 c. c., y se neutraliza nueva y exactamente por medio del agua de barita. Se añade luego, por pequeñas cantidades y con precaución, a medida que se va removiendo el líquido, alcohol puro de 95° hasta que se obtenga de 70 a 80 c. c. de líquido.

El contenido de la cápsula, que deberá lavarse con alcohol, se ver-

terá en una probeta graduada de 100 c. c., provista de un tapón de vidrio, y se añadirá alcohol hasta dicha medida. Se dejará reposar y se filtrará en embudo cubierto sobre un filtro plegado y seco. Se evaporarán en una cápsula de platino (y después de haber añadido una pequeña cantidad de agua) 30 c. c. del líquido filtrado, calcinando luego el residuo resultante sin que sea preciso llevar la calcinación hasta que las cenizas sean completamente blancas.

Se determina, por último, la alcalinidad de estas cenizas por el método que se indicará más adelante. Un centímetro cúbico de soda cáustica corresponde a 90 mg. de ácido láctico, debiendo tenerse cuidado de no emplear más que 80 c. c. del líquido filtrado, como se ha indicado.

Debe tenerse en cuenta que cuando se trata de un vino rico en azúcar el procedimiento que acaba de indicarse no da resultados exactos.

La cantidad de ácido láctico se expresará en los boletines en gramos por litro, con una decimal.

#### XV.—INVESTIGACIÓN Y DETERMINACIÓN DEL ÁCIDO CÍTRICO

Se empleará el siguiente método de Denigés: Se agitan con una varilla de vidrio, en una cápsula de porcelana, 10 c. c. de vino con un gramo o gramo y medio de óxido de plomo y dos centímetros cúbicos de una solución de sulfato de mercurio (óxido mercúrico, cinco gramos; ácido sulfúrico concentrado, 20 c. c.; agua destilada, 100 centímetros cúbicos) y se filtra.

Si el filtrado no sale límpido, se repite la filtración.

Se recogen, en un tubo de ensayo, de cinco a seis centímetros cúbicos de filtrado, se calientan hasta ebullición y se les añade gota a gota (hasta 10 gotas) una solución de permanganato potásico al 2 por 100, agitando después de la adición de cada gota y mientras se va produciendo una decoloración.

Los vinos naturales sometidos a este tratamiento no presentan más que un ligero enturbiamiento, parecido a un velo, debido a las trazas de ácido cítrico que contiene normalmente.

En cambio, a la dosis de 0,10 gr. por litro, el enturbiamiento es claramente acusado y es acompañado de un precipitado nuboso a partir de 0,40 gr. por litro.

Una vez comprobada la existencia de ácido cítrico en un vino, podrá evaluarse aproximadamente su cuantía por medio de ensayos

comparativos con soluciones de ácido cítrico de valor conocido y con vinos naturales análogos adicionados y no adicionados de dicho ácido.

#### XVI.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO OXÁLICO

Se seguirá el siguiente procedimiento, que es el adoptado oficialmente en Suiza:

Trátense 50 c. c. por una solución de cloruro cálcico y por el amoniaco con el objeto de precipitar los oxalatos y los fosfatos. El precipitado obtenido se lava y se disuelve en ácido clorhídrico diluido; se alcaliniza la solución por el amoniaco, y después se le acidifica por el ácido acético. En el caso en que el precipitado no se haya disuelto por completo, se examinará al microscopio para identificar el oxalato cálcico.

#### XVII.—DETERMINACIÓN DEL TANINO Y MATERIAS ASTRINGENTES

Se empleará el procedimiento Lowenthal, modificado por Carpené y Pi, operando del modo siguiente:

Se extraerá del centro del envase la muestra del vino a ensayar y se filtrará. Del filtrado se medirán exactamente cinco ó 10 c. c., según que sean más o menos ricos en principios astringentes. Generalmente, los vinos tintos deben ser analizados bajo el volumen de cinco centímetros cúbicos; los rosados y los blancos ordinarios exigen 10. En los muy blancos pueden ser precisos hasta 50 c. c. Para decidir el volumen exacto, debe servir de guía el que, al hacer la valoración por medio del permanganato potásico del modo que se describirá en seguida, el volumen de permanganato necesario para descomponer el tanato de cinc debe ser próximamente la mitad del necesario para descomponer el indigo, de suerte que si, por ejemplo, son precisos 10 c. c. de solución permangánica para decolorar 10 c. c. de solución indigótica, la dosis de vino sobre la cual deberá operarse será aquella que exija aprxmadamente cinco centímetros cúbicos de la solución de permanganato.

El número de centímetros cúbicos medidos se vierten en una cápsula de porcelana, en la cual se añaden cinco centímetros cúbicos de la disolución de acetato de cinc (véase en su lugar correspondiente la preparación de éste y demás reactivos necesarios para esta determinación); se mezclan ambos líquidos y se observa si el color del vino se ha modificado.

La mezcla deberá ser alcalina, lo que se averiguará por el papel

de tornasol, y el vino debe tirar al amarillo oscuro. Si no es alcalino, se añadirán algunas gotas de amoniaco. La cápsula de porcelana se pone al baño maría, con el objeto de evaporar la mayor parte del líquido; el agua del baño maría, al entrar en ebullición, su vapor bañará directamente el fondo de la cápsula, y si se tiene cuidado de cortar un poco la llama del mechero, cerrando parcialmente la llave del mismo, la ebullición del agua será lenta y podrá conservarse muchas horas sin que el nivel del agua baje en la caldera de una manera muy sensible, pudiendo emplearse también para conseguirlo un baño de nivel constante.

La evaporación del vino deberá ser muy lenta y podrá abandonarse a sí misma, con la precaución de agitar de vez en cuando la cápsula con un movimiento circular o transversal, para extender el depósito, lo cual favorecerá la operación. Cuando el volumen del vino se haya reducido a menos de los dos tercios del primitivo, se quitará la cápsula del baño-maría, colocándola sobre un soporte, encima de un pequeño mechero; se reemplazará el vino evaporado con agua caliente y se pondrá a hervir. La ebullición debe ser muy suave y durar un minuto aproximadamente. El líquido hirviendo de la cápsula, con su precipitado, se verterán sobre un filtro, con el fin de separar el precipitado del líquido, teniendo gran cuidado en recoger todo el contenido de la cápsula sobre el filtro. Una vez que ha filtrado líquido, se lava, con un cuarto de litro, próximamente, de agua hirviendo, el precipitado de tanato de cinc que quedó en el filtro.

Procediendo de esta suerte se tiene la garantía de haber separado el tanato de cinc de los cuerpos extraños que lo impurificaban.

Se deja escurrir el filtro hasta que el papel esté suficientemente seco; para sacarlo del embudo se levanta con cuidado, y sin perder nada del contenido, se sumerge en un bocal de vidrio (de un volumen superior a dos litros), en el cual se habrá vertido previamente, una capa de agua de algunos centímetros de altura.

Ahora habrá que separar el tanino del cinc, con el cual está combinado; esta separación se consigue por medio del ácido sulfúrico; pero como sobre las paredes de la cápsula de porcelana se encuentra adherida una parte del precipitado de tanato de cinc, deberá disolverse, para verterla también en el bocal. Para ello se llenará la cápsula con agua fría, se medirán 10 c. c. de ácido sulfúrico concentrado y se dejarán caer algunas gotas en la cápsula; el resto del ácido se verterá en el bocal.



El ácido sulfúrico descompone el tanato de cinc y deja el tanino en libertad, de suerte que disolverá el tanato existente en las paredes de la cápsula.

Se verterá en el bocal el agua de la cápsula acidulada con el ácido sulfúrico, repitiendo el lavado varias veces, reuniendo en el bocal todas estas aguas del lavado, agitándolas una vez juntas, así como el filtro, y con ello desaparecerán las últimas trazas del precipitado de tanato de cinc.

De esta suerte se tendrá en el bocal el total de tanino que contenían los centímetros cúbicos de vino con los que se haya operado, así como el cinc del acetato de cinc, el cual queda combinado con el ácido sulfúrico, pero sin estorbar la operación que nos interesa.

Para determinar ahora el tanino, se acabará de llenar el bocal con agua, hasta un trazo que se marque en él señalando dos litros, se añadirán 10 c. c. de disolución de indigotina, y se cargará una bureta con la disolución de permanganato de potasa.

Viértense gota a gota sobre el contenido del bocal el líquido de la bureta, agitando fuertemente el líquido.

El color azul disminuirá paulatinamente de intensidad, virando a verde, y después al amarillo verdoso, y, por fin, al amarillo sin traza de verde.

En este instante se cierra la bureta y se lee el número de centímetros cúbicos de solución de permanganato que se haya necesitado.

Sea, por ejemplo, 16,5 este número de centímetros cúbicos.

Veamos ahora cómo se calcula el peso del tanino contenido en el vino:

Supongamos que al valorar la solución de sulfoindigotina del modo como se indica en el lugar correspondiente, se gastaron 12,4 c. c. de la solución de permanganato para obtener el color amarillo; ahora han sido necesarios para obtener este mismo color 16,5 c. c., de suerte que  $16,5 - 12,4 = 4,1$ ; serán los centímetros cúbicos de permanganato destruido por el tanino de los centímetros cúbicos de vino con los que se operó.

Sabiendo ahora que cada centímetro cúbico de la solución de permanganato con que se ha operado (véase su preparación en el lugar correspondiente) corresponde a un miligramo de tanino puro, 4,1 serán los miligramos de tanino contenidos en la cantidad de vino sometido al análisis; pero como la transformación del tanino en tanato de cinc y su precipitación por el ácido sulfúrico no son completas, y,

por otra parte, la solubilidad del tanato de cinc en el agua hirviendo no es absolutamente nula, resulta que es preciso multiplicar la cifra obtenida por el coeficiente 1.07 que los autores del método han calculado para compensar dichas causas de error cuando el análisis se efectúa sobre un peso de 10 miligramos de tanino; es decir, cuando el volumen de permanganato necesario para descomponer el tanino se eleva, aproximadamente, a unos 10 c. c., como hemos advertido anteriormente.

Resulta, pues, que en el ejemplo que hemos considerado, en los centímetros cúbicos de vino con que se haya operado, existirán  $4.1 \times 1.07 = 4.387$  mg. de tanino, y multiplicando este resultado por el factor conveniente, se obtendrá la cuantía correspondiente al litro de vino.

Por ejemplo: si hemos operado sobre 10 c. c. de líquido, resultará que por litro de vino existirán  $4.387 \times 100 = 438$  mg. = 0.438 g. de tanino y materias astringentes, pues hay que tener en cuenta que este método determina el conjunto de cuerpos astringentes análogos al tanino.

El resultado de esta determinación se expresará en los laboratorios en gramos, con dos decimales.

### XVIII.—DETERMINACIÓN DE LA GLICERINA

**Se adoptará el siguiente método, debido a Trillat:**

Viértense 50 c. c. de vino en una cápsula de plata colocada al baño María.

**Se evaporan con precaución a 70° próximamente los dos tercios del líquido. En este momento se agregan cinco gramos de negro animal, pulverizado; se mezcla intimamente con el residuo y se evapora a sequedad completa.**

El residuo, después del enfriamiento, se muele y mezcla bien en un mortero con ocho gramos de cal viva.

La mezcla se presenta entonces bajo la forma de un polvo gris, que no se aglutina ni se adhiere a los dedos. Este polvo se coloca en un balón y es fuertemente agitado durante algunos minutos con 30 c. c. de éter acético desecado y libre de alcohol. Se filtra, decantando y cuidando de separar las primeras porciones de líquido, que arrastran al principio un poco de cal, y se repite otra vez el mismo tratamiento.

Se obtiene así un líquido absolutamente claro, conteniendo en disolución la totalidad de la glicerina que se trata de separar. Con este

objeto se evapora en varias veces el éter acético en una cápsula tratada previamente, como la usada para la determinación del extracto seco a 100°, primero al baño maría, a 70°, para desalojar la mayor parte del éter acético, y después, en la estufa, a 60°, hasta peso constante, y se pesa la cápsula.

Las pesadas deberán hacerse con las precauciones exigidas por las propiedades higrométricas del producto.

La glicerina se expresará en los boletines en gramos por litro, sin decimal.

#### XIX.—INVESTIGACIÓN DE LA MANITA

En un vidrio de reloj se evaporan a baja temperatura de dos a tres centímetros cúbicos del vino a ensayar.

Si éste contiene manita en cantidad apreciable, ésta cristaliza y se presenta al cabo de veinticuatro horas bajo la forma de agujas brillantes, muy finas y sedosas.

#### XX.—DETERMINACIÓN DEL NITRÓGENO

Se toman 100 c. c. de vino, que se echan en un matraz de Kjeldahl y se evaporan a sequedad.

Se le añaden 15 c. c. de ácido fosfósulfúrico (que se vende en el comercio ya preparado exclusivamente para esta determinación), y se pone en la boca del matraz un embudo de largo tallo, y se calienta primero como una media hora con un foco calorífico poco intenso; al cabo de este tiempo se calienta hasta que el líquido entre en ebullición, y se mantiene así todo el tiempo necesario para que la materia sólida se disuelva y se obtenga un líquido perfectamente incoloro y transparente.

Se deja enfriar y se añade poco a poco y con precaución unos 50 centímetros cúbicos de agua; se vuelve a dejar enfriar y se traspasa a un matraz de fondo redondo, de un litro de capacidad; se lava varias veces el matraz Kjeldahl con pequeñas porciones de agua y se traspasan al otro matraz, y así se continúa hasta que los líquidos de loción no sean ácidos.

Al matraz que contiene el líquido se le añaden unas gotas de fenolftaleína y luego solución de soda de 40 por 100 hasta que aparezca el color rojo de la fenolftaleína, e inmediatamente se une al aparato de destilación Aubin y se calienta.

Para recoger el amoniaco desprendido se coloca en el extremo del serpentín un vaso que contenga 10 c. c. de sulfúrico normal.

Cuando el desprendimiento de amoníaco ha cesado, lo que se conocerá en que una gota del líquido destinado no azulee el papel sensible de tornasol, se procede a hacer un ensayo acidimétrico con la sosa normal. La diferencia entre 10 y el número de centímetros cúbicos de sosa que se emplean en el ensayo, multiplicada por 0,14, da el nitrógeno por litro de vino. Esta cantidad se expresará en los boletines con dos decimales.

#### XXI.—DETERMINACIÓN DE LA ALCALINIDAD DE LAS CENIZAS

A las cenizas procedentes de 50 c. c. de vino, tratadas como se indicó en VI, se les añadirá algunos centímetros cúbicos de agua destilada hirviendo y se añadirán 20 c. c. de ácido sulfúrico N/10. Se introducirá todo el líquido y residuo en un matraz de Erlenmeyer, lavando la cápsula que contiene las cenizas con pequeñas cantidades de agua hirviendo y añadiendo las aguas del lavado al contenido en el matraz de Erlenmeyer, adicionándose luego dos o tres gotas de tintura de fenolftaleína.

Sa calentará con precaución sobre una pequeña llama hasta ebullición suave; si se observase que durante ese tiempo el líquido se colorea en rosa, sería señal de que precisa una adición de nueva dosis de ácido sulfúrico N/10.

Sin esperar a que se enfrie, se determina la acidez correspondiente al ácido sulfúrico no combinado mediante una solución de sosa N/10. Hallando la diferencia entre el número de centímetros cúbicos de ácido empleados y el de solución alcalina consumidos en esta última, se tendrá expresada en centímetros cúbicos de solución alcalina N/10, por litro, la alcalinidad de las cenizas.

Se multiplicará dicha diferencia por 0,1380 y el producto será la alcalinidad en gramos por litro evaluada en carbonato potásico. Este valor se expresará con una decimal.

#### XXII.—DETERMINACIÓN DE LOS CLORUROS

*Método volumétrico aproximado.*—Se toman 10 c. c. de vino previamente decolorado con negro animal (perfectamente lavado y exento de cloruros) y se neutraliza su acidez con algunas gotas de una solución de carbonato sódico purísimo, pero haciendo de manera que el líquido no resulte muy alcalino. Se añaden unas gotas de solución saturada de cromato potásico, con lo cual el líquido quedará de color amarillo. Se vierte gota a gota el líquido de nitrato de plata especial

(vease su preparación en el lugar correspondiente), agitando continuamente, hasta obtener una coloración rojo-ladrillo no muy intensa. El número de centímetros cúbicos de líquido de nitrato de plata gastados, dividido por 10, dará la cantidad de cloruros por litro del vino ensayado, en cloruro de sodio.

*Método electroquímico exacto.*—Se colocan 50 c. c. de vino electroquímico y se construye la gráfica resultante de las adiciones de cantidades conocidas de un líquido de nitrato de plata de valor conocido. Del número de centímetros cúbicos gastados, hasta llegar el punto singular de la gráfica, se deducirá exactamente la cantidad de cloruros contenidos en los 50 c. c. de vino, y multiplicando por 20 se tendrá la cantidad de cloruros por litro de vino, expresados en cloruro de sodio.

Los cloruros, en cloruro sódico, se expresarán, en gramos por litro, con un decimal.

### XXIII.—DETERMINACIÓN DEL ÁCIDO FOSFÓRICO

En una cápsula de platino se echan 50 c. c. de vino, al cual se añaden 0,5 gr. de una mezcla de una parte de nitrato potásico y tres partes de carbonato sódico, y se evapora a consistencia de jarabe. Se calcina, y el residuo se toma con ácido nítrico diluido; se filtra sobre un vaso de precipitar de unos 200 c. c., se lava con el mismo líquido el carbón, y luego se incinera el filtro con el carbón.

Las cenizas se humedecen con ácido nítrico y se lavan varias veces con agua caliente; se filtra, y el líquido obtenido se añade al primer filtrado. Se le añaden 50 c. c. de nitromolibdato amónico y se calienta durante una media hora en baño maría de 80 a 95°. Se deja el vaso en un lugar templado durante seis horas. Luego se decanta el líquido claro sobre un filtro y se lava el vaso cuatro o cinco veces con una mezcla de solución al 10 por 100 de nitrato amónico y ácido nítrico diluido. Luego se disuelve el precipitado que ha quedado en el vaso con amoniaco y se filtra por el mismo filtro. Se lava tres veces el vaso y el filtro con amoniaco; al líquido resultante se le añaden 10 c. c. de amoniaco, agitando este líquido, y, a la vez que se agita, se le añaden, gota a gota, 10 c. c. de mixtura magnesiana y 40 c. c. de amoniaco.

Se deja reposar veinticuatro horas. Se filtra en filtro de 0,00011 gramos de cenizas y lava con agua amoniacial al tercio hasta que el

líquido filtrado, neutralizado por ácido nítrico, no precipite con nitrato argéntico. Se deseja y calcina el filtro.

El peso obtenido se multiplica por 12.792 y nos da el anhidrido fosfórico por litro de vino.

#### XXIV.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO NÍTRICO

Para proceder a esta investigación es convenientísimo hacer previamente un ensayo en blanco, es decir, operar con agua en vez de vino, haciendo todas las manipulaciones anteriores, porque pudiera suceder que el agua, reactivos, filtros, vasos o el negro animal tuvieran nítrico o nitratos.

a) *En los vinos blancos.*—Se toman 10 c. c. de vino y se calienta, para eliminar el alcohol; se decoloran con negro animal y se filtran. Se toma un tubo de ensayo, en que se pone un poco de difenilamina con otro poco de ácido sulfúrico puro, y se agita para disolverlo. Sobre este líquido se añaden cuatro o cinco gotas de vino decolorado, teniendo cuidado que esta adición se haga escurriendo el líquido a lo largo del tubo. Si la superficie de contacto de ambos líquidos toma color azul, es que el vino tiene ácido nítrico o nitratos.

Para investigar cantidades pequeñísimas de ácido nítrico se evaporan 100 c. c. de vino, hasta consistencia de jarabe, en una cápsula de porcelana, en baño maría, y después de enfriamiento se añade alcohol absoluto mientras se produzca precipitado. Se filtra, se evapora el líquido filtrado hasta eliminación completa del alcohol, se toma el residuo con agua, se decolora con negro animal y se evapora hasta unos 10 c. c. y luego se opera como en el caso anterior.

b) *En los vinos tintos.*—Se toman 100 c. c. y se les añaden seis centímetros cúbicos de subacetato de plomo y se filtra. Al filtrado se le añaden cuatro centímetros cúbicos de una solución concentrada de sulfato magnésico y un poco de negro animal. Se filtra, y con el líquido filtrado se opera como en el caso anterior.

c) *Procedimiento general suficiente.*—La investigación de pequeñas cantidades de ácido nítrico no suele tener, en general, gran importancia, pues tiene por objeto determinar si se ha empleado agua conteniendo aquel ácido, y este agua puede haber sido introducida en el vino por el lavado de los utensilios y de los recipientes de vinificación, que suelen retener alguna cantidad. De suerte que, como la reacción anterior es muy sensible, y como en la mayoría de los casos solamente interesaría conocer si se han añadido cantidades relativa-

mente grandes de ácido nítrico, en dichos casos bastará proceder del modo siguiente: Se introducen en un tubo de ensayo 10 c. c. de una solución de 0.1 gramos de difenilamina en 100 c. c. de ácido sulfúrico puro (no empleando soluciones muy concentradas, a veces recomendadas), y se vierten encima cinco centímetros cúbicos de vino, dejándolas manar muy lentamente para que no se mezclen con el ácido sulfúrico (pudiendo ser necesario enfriar enérgicamente el tubo).

Si el vino contiene una cantidad un poco apreciable de ácido nítrico, se producirá en seguida (o más lentamente, si el vino se ha mezclado, en parte con el ácido) una coloración azul en la superficie de contacto de los dos líquidos. Esta coloración se distinguirá fácilmente aun cuando el vino pardee, colocando el tubo delante de una hoja de papel blanco. Este método puede seguirse también con el vino preparado según a).

#### XXV.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO SULFÚRICO LIBRE

En el caso de que la cantidad de sulfatos, en sulfato potásico, sea elevada con relación a la de cenizas, habrá que investigar el ácido sulfúrico libre, para lo cual se empleará el siguiente método, oficial en Francia: Efectúese una determinación del ácido sulfúrico, operando con las cenizas del vino, y trítense éstas por el agua acidulada con ácido clorhídrico. Si la determinación del ácido sulfúrico efectuada sobre las cenizas da un resultado menor que la realizada sobre el vino, se deducirá la presencia de ácido sulfúrico libre.

#### XXVI.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO CLORHÍDRICO LIBRE

En el caso en que la cantidad de cloruros, en cloruro sódico, sea elevada, con relación a la cantidad de cenizas, será preciso proceder a la investigación del ácido clorhídrico libre, para lo cual se destilarán hasta sequedad 50 c. c. de vino y se investigará el ácido clorhídrico en el producto destilado, y si la presencia de dicho ácido se revela claramente por los reactivos usuales se deducirá la presencia del ácido clorhídrico libre en el vino examinado.

#### XXVII.—DETERMINACIÓN DE LA ALCALINIDAD DE UN VINO

Se evaporan a sequedad 100 c. c. de vino en cápsula de platino; luego se calcina el residuo, con cuidado, a la llama de una lamparilla.

La materia carboncasa se agota con agua caliente y se filtra sobre un vaso de precipitar.

El filtro y el carbón que quedan se calcinan nuevamente en la cápsula de platino.

El residuo se disuelve en algunos centímetros cúbicos de ácido clorhídrico caliente, sin preocuparse de las partículas de carbón que quedan; esta solución se añade a la anterior, se hierve, y al líquido hirviendo se le añadirá algunas gotas de solución caliente de cloruro bárico (al 10 por 100) para precipitar por completo los sulfatos; se añaden luego algunas gotas de cloruro férrico, para fijar el ácido fosfórico, y a continuación se elimina el ácido clorhídrico por evaporación a sequedad.

El residuo se toma con agua caliente y se añade una lechada de cal hasta reacción alcalina.

Se filtra y se lava con agua caliente hasta obtener 100 c. c. de líquido filtrado.

Se hierve este líquido y se le añade amoníaco y carbonato amónico, y se mantiene un rato la ebullición y se agita constantemente.

Casi hirviendo se filtra y lava con agua caliente, y el líquido restante se evapora en cápsula de platino.

Se deseca completamente en estufa de aire y se calcina al rojo sombra hasta que comienza la fusión del residuo, para eliminar las sales amoniacales.

El residuo sólido se toma con agua caliente y se filtra, quedando en el filtro la magnesia.

El líquido filtrado se evapora a sequedad en cápsula de platino; después de adición de ácido oxálico puro, se seca y calcina dulcemente; al residuo se le añade nuevamente ácido oxálico y unas gotas de agua y se vuelve a evaporar y calcinar.

Se toma con agua y filtra el líquido obtenido; se evapora y seca otra vez en cápsula de platino y se pesa, lo que nos dará el peso de los cloruros de sodio y potasio.

Se disuelven estos cloruros en agua y se le añade solución de cloruro platínico suficiente; se evapora, casi a sequedad, en baño maría, teniendo la precaución de que entre la cápsula y el baño haya un rodete de cartón.

El residuo se toma con alcohol de 95° y se filtra por filtro doble y lava con alcohol, hasta que el filtrado salga incoloro; se secan los filtros en estufa de vapor de agua y se pesan.

El peso obtenido, multiplicado por 0.307, nos dará el cloruro potásico.

Este peso de cloruro potásico se resta del peso anterior de cloruros y nos dará por diferencia el peso correspondiente de cloruro sódico.

El peso de cloruro potásico, multiplicado por 6.3, da la potasa por litro.

El peso de cloruro sódico, multiplicado por 5.3, da la sosa por litro.

#### XXVIII.—INVESTIGACIÓN DEL BARIO Y DEL ESTRONCIO

Se evaporan unos 300 c. c. de vino y se incinera el extracto. Las cenizas se funden con una mezcla de carbonato sódico y potásico; el producto fundido se trata por agua y se recoge en un filtro la parte insoluble y se lava mientras haya indicios de sulfato; luego se disuelve en unas gotas de ácido clorhídrico, y en esta solución, que contendrá los cloruros bárico y estronciano, se le reconoce por el espectroscopio. Si hay bario, en el espectro aparecerán muchas rayas amarillas y verdes. Si hay estroncio, una raya amarilla, dos rojas y una azul. Si no se tuviera espectroscopio, se trataría el líquido clorhídrico anterior por sulfato cálcico y daría precipitado al instante, si hay bario, y al cabo de algún tiempo, si hay estroncio.

#### XXIX.—DETERMINACIÓN DEL COBRE

Se determinará por vía electrolítica en medio litro o un litro de vino, o en sus cenizas, tratadas por el ácido sulfúrico y el ácido nítrico.

Se pesará el metal depositado en el electrodo de platino, se disolverá luego el ácido nítrico y se pondrá el cobre en evidencia por el método usual.

Ese preferible operar sobre la solución de cenizas del vino.

#### XXX.—DETERMINACIÓN DE OTRAS MATERIAS MINERALES

Se seguirán los métodos usuales en el análisis mineral.

#### XXXI.—INVESTIGACIÓN DEL ALUMBRE

Se operará según el siguiente método de M. Georges:

Se vierten en un tubo de ensayo 20 c. c. de vino y dos centímetros cúbicos de una solución de tanino puro de 3.40 g. por 100. Se agita y se añaden cuatro centímetros cúbicos de una solución al 24 por 100 de acetato de sosa cristalizada, agitando de nuevo el tubo con su contenido y dejándole luego en reposo, sin dejar de observar el tubo.

Los vinos normales sin alumbre quedan claros o no se enturbian

más que ligeramente; los vinos con alumbre añadido producen, al cabo de algunos minutos, un precipitado grumoso.

En el caso de una reacción positiva se impone la determinación de la alúmina, operando sobre 100 c. c. de vino.

### XXXII.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO SALICÍLICO

Se toman 20 c. c. de vino y se les añade dos gotas de ácido clorhídrico y 25 c. c. de bencina cristalizable; se agita con precaución durante algunos minutos, de suerte que no se emulsione; después se deja en reposo. Se decanta la bencina, se filtra en un tubo bien limpio, se vierte en el tubo un centímetro cúbico de agua destilada, y seguidamente, gota a gota, una solución muy diluida de percloruro de hierro; se agita y se deja en reposo. El agua que ocupa el fondo se colorea es violeta, si el caldo está salicilado, y será incolora o amarillenta si no está salicilado.

Para evitar la emulsión, la agitación debe hacerse haciendo girar horizontalmente alrededor de su eje el tubo que contiene los dos líquidos.

La solución de percloruro de hierro debe ser rigurosamente neutra y muy diluida. Debe prepararse en el momento de su empleo diluyendo una solución de percloruro de hierro, tan neutra como sea posible, hasta que su coloración sea apenas sensible. La adición del percloruro debe hacerse gota a gota y con precaución, pues un exceso de reactivo hace desaparecer la reacción.

### XXXIII.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO BÓRICO

Se toman 25 c. c. de vino, que se evaporan e incineran. Las cenizas se tratan por un centímetro cúbico de ácido sulfúrico, y el líquido pastoso se vierte en un pequeño matraz. Se lava la cápsula con tres centímetros de alcohol metílico puro, en dos veces, y se vierte en el matraz. Se tapa en seguida, y se adapta a un refrigerante; se calienta la mezcla, hasta que aparezcan vapores blancos de ácido sulfúrico, y se inflama seguidamente el líquido destilado recogido, evitando una evaporación parcial, después de haberlo trasvasado a un pequeño platillo. La llama, sobre todo cuando se la observa colocándose delante de un fondo negro y evitando una luz demasiado intensa, toma ya una coloración claramente verde, sobre todo al principio, para una cantidad de ácido bórico de una décima de milígramo.

#### XXXIV.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO BENZOICO

Se operará según el siguiente método de M. Robin:

Tómense 50 c. c. de vino y colóquense en una probeta. Adiciónese unas gotas de percloruro de hierro y de ácido clorhídrico, agitando con 50 c. c. de éter sulfúrico, y déjese reposar. Lávese el éter dos veces con agua destilada. Agítense con 25 c. c. de solución alcohólica de bicarbonato de sosa (agua, 100 c. c.; alcohol, de 95°, 30 c. c.; bicarbonato de sosa, un gramo). Colóquese la solución alcalina en una cápsula y evapórese al baño maría hasta sequedad. Déjese enfriar la cápsula y viértase sobre el residuo una mezcla de cinco centímetros cúbicos de ácido sulfúrico puro de 66° y 10 gotas de ácido nítrico, con lo cual se impregnará todo el residuo, y espérese a que haya desaparecido la espuma. Caliéntese sobre una pequeña llama, procurando que ésta no toque al fondo de la cápsula hasta que empiecen a desprendérse vapores blancos; la solución debe quedar incolora o amarillo-pálida. Déjese enfriar. Viértase el contenido de la cápsula en un matraz que contenga 50 c. c. de agua destilada y un tírita de papel tornasol rojo. Si el líquido toma un color amarillo, será indicio casi cierto de la presencia de ácido benzoico, y se continuará en la forma siguiente:

Alcalinícese el líquido amarillo por el amoniaco (15 c. c. de amoniaco, a 22°, aproximadamente); déjese enfriar. Viértase gota a gota sulfuro amónico, agitando después cada adición. Si el vino contiene ácido benzoico aparecerá una coloración rojo-anaranjada más o menos intensa, según sea la cantidad contenida.

#### XXXV.—INVESTIGACIÓN DEL ÁCIDO FLUORHÍDRICO

A 200 c. c. de vino se les añade 20 c. c. de una solución de acetato bárico al 10 por 100; se agita por medio de un agitador y se deja luego en reposo durante un mínimo de quince minutos.

Si el vino es muy pobre en sulfatos, convendrá añadirle, antes que el acetato bárico, y además de éste, algunas gotas de una solución concentrada de sulfato sódico. Fíltrese, y cuando todo el líquido haya pasado por el filtro, lávese éste una o dos veces con agua, déjese escurrir e introduzcase con su contenido dentro de un crisol de platino, e incinérese luego a la mufla o sobre un mechero Bunsen. Déjese enfriar y añádanse a las cenizas dos centímetros cúbicos de ácido sulfúrico purísimo.

Sobre el crisol se coloca un pequeño matraz de vidrio recubierto

previamente en su parte convexa con una capa de cera, de punto de fusión relativamente elevado, sobre la cual se trazan algunos signos o cifras que dejen el cristal perfectamente desnudo.

Este dibujo conviene trazarlo con un estilete o punzón, de madera o hueso, nunca de metales duros que puedan rayar el cristal e inducir a falsas interpretaciones del resultado final de la operación.

A fin de evitar escapes es conveniente interponer entre el crisol y el matraz, bañado en cera, una redondela de caucho.

El matraz se tapa por medio de un tapón, atravesado por dos tubos de vidrio, destinados a hacer pasar por el interior de dicho matraz una corriente continua de agua fría, evitando así que la cera se derrita.

En esta disposición se calienta el crisol sobre una placa de amianto, a fuego muy dulce (un mechero microquímico es suficiente), durante una hora próximamente, al cabo de la cual se refira el matraz del fuego, y se le quita la capa de cera, primero, calentándola, y frotándola luego con bencina.

En presencia de flúo, los trazos o cifras dibujadas en la cara, según hemos dicho, habrán quedado grabados sobre el vidrio del matraz.

La producción de figuras de corrosión, visibles solamente soplando el aliento sobre el matraz, no puede ser considerada como una prueba cierta de la adición de fluoruros en el vino ensayado, mientras que, cuando se trata de un caldo fluorurado, el grabado es limpio y perfecto y directamente visible a simple vista, pudiendo, además, comprobarse, con una lente o por medio de una aguja o punta aguda, que el grabado en hueco existe realmente en la superficie del matraz.

Preparando soluciones de agua destilada con 0,001, 0,002, 0,003, 0,04, 0,05, 0,010, etc.; gramos por 100 de fluoruro amónico (cuerpo que contiene próximamente la mitad de su peso de flúor) y operando con estas soluciones exactamente del mismo modo que hemos indicado para el vino se dispondrá de matraces tipos, cuyos grabados podrán servir de términos de comparación para determinar de un modo aproximado la cantidad de flúor contenida en un vino.

#### XXXVI.—INVESTIGACIÓN DEL ABRASTOL

En un frasco de 250 c. c. se vierten 50 c. c. de vino, 10 gotas de ácido sulfúrico y 25 gr. de bólido de plomo. Se agita durante cinco

o seis minutos y se filtra en un filtro mojado. El líquido filtrado, que debe ser de una limpidez absoluta, se lo agita, previa adición de un centímetro cúbico de cloroformo, y se deja reposar.

El cloroformo, que descenderá al fondo del frasco, será incoloro, si el vino no contiene abrastol, y se coloreará en amarillo si existe dicho cuerpo, alterando la composición del caldo.

La reacción se revela con 0,01 g. de abrastol por litro.

Se recoge el cloroformo y se evapora en una cápsula pequeña de porcelana. El residuo amarillento es tratado por una gota de ácido sulfúrico concentrado, y se coloreará en verde si el vino contiene 0,02 g. o más de abrastol por litro.

#### XXXVII.—INVESTIGACIÓN DEL CARAMELO

Se operará según el siguiente método de M. Jagerschmid:

Se toman 100 c. c. de vino y se ponen en un vaso de cristal de Bohemia de 250 c. c.; se añade una solución de albúmina, compuesta de partes iguales de clara de huevo fresco y agua destilada, y se calienta hasta coagulación completa de la albúmina. Se filtra y se evapora el filtrado al baño maría en cápsula de porcelana hasta consistencia siruposa. (En vinos dulces debe hacerse esta evaporación a temperatura inferior a 100° para evitar una caramelización parcial del azúcar.)

El residuo se divide en dos partes: una de ellas se emulsiona por el éter; la solución etérea es decantada en una pequeña cápsula de porcelana, y, evaporada a sequedad, se deja caer sobre el residuo una o dos gotas de una solución recientemente preparada de resorcina al 1 por 100 en ácido clorhídrico concentrado: en presencia del caramelo se produce inmediatamente una coloración permanente rojocereza. Esta reacción es muy sensible.

La otra parte del residuo se emulsiona por la acetona, se decanta la solución sobre un filtro y se recoge el filtrado en un tubo de ensayo; se adiciona ácido clorhídrico concentrado, y en presencia del caramelo se producirá una coloración rojo-carmín.

#### XXXVIII.—EXAMEN POLARIMÉTRICO

Para este ensayo se empleará el vino decolorado y preparado tal como se ha indicado para la determinación de las materias reductoras. La observación polarimétrica se hará en tubo de 20 cm., y su resultado se expresará en grados polarimétricos y fracciones centesimales de grado. La observación polarimétrica debe hacerse con el líquido a 15° C., o, en su defecto, proceder a la oportuna corrección.

#### XXXIX.—INVESTIGACIÓN DE LA SACAROSA

Si en el examen anterior el vino ha presentado un poder rotatorio a la derecha notable, será preciso investigar la sacarosa y la dextrina. Para ello se procederá del modo siguiente:

Se toman 100 c. c. de vino y se evaporan en cápsula de porcelana hasta reducirlos al tercio de su volumen, se trasvaza el residuo a un matraz calibrado de 100 c. c., se lava la cápsula un par de veces con agua destilada, empleando unos 50 c. c. en estos lavados; las aguas de ellos se incorporan al líquido evaporado, se añade un centímetro cúbico de ácido clorhídrico de 1,19 de densidad y se calienta durante media hora al baño maría hirviendo. Se alcaliniza muy ligeramente el líquido con soda cáustica, se deja enfriar y se completa hasta los 100 c. c. con agua destilada.

En el líquido resultante se determinan las materias reductoras exactamente como se ha indicado en VIII para el vino antes de inversión.

Hallada la cantidad de azúcar contenida en el líquido después de la inversión, se resta de ella la cantidad de azúcar reductor hallada directamente antes de inversión, y la diferencia, multiplicada por 0,95, es la sacarosa.

El resultado se expresará en gramos por litro de vino, con una decimal.

Si en los dos ensayos mencionados, la cantidad de materias reductoras ha resultado igual, se deducirá que el vino examinado no contenía sacarosa, y deberá investigarse la dextrina.

#### XL.—INVESTIGACIÓN DE LA GOMA ARÁBIGA Y DE LA DEXTRINA

Si el vino que daba, antes de inversión, una notable desviación polarimétrica a la derecha, ha resultado, según XXXIX, no contener sacarosa, se hará nuevo ensayo polarimétrico con dicho líquido después de inversión, y si persiste la desviación a la derecha, se procederá del modo siguiente:

Se mezclan cuatro centímetros cúbicos de vino con 10 c. c. de alcohol de 96°.

Si no se produce más que un ligero enturbiamiento, no existe en el vino ni goma ni dextrina.

Por el contrario, si se produce un precipitado grumoso y viscoso, una parte del cual cae al fondo y la otra parte queda adherida a las paredes del tubo, se deberán evaporar 100 c. c. de vino hasta redu-

cirlos próximamente a cinco centímetros cúbicos, y agitando al mismo tiempo, se añadirá alcohol de 90° hasta que no se produzca más precipitado.

Al cabo de dos horas, se filtrará el precipitado, se le disolverá en 30 c. c. de agua y se introducirá la solución en un balón de unos 100 c. c.

Se añadirá un centímetro cúbico de ácido clorhídrico de 1,12 de densidad, y se cerrará el balón con un tapón atravesado por un tubo de vidrio, de un metro de longitud, abierto por los dos extremos.

Se calentará la mezcla durante tres horas al baño maría hirviendo, y después del enfriamiento, se alcalinizará el líquido con una solución de carbonato sódico, se diluirá hasta volumen determinado y se dosificará, por el método indicado en VIII, el azúcar formado por la transformación de la dextrina o de la goma arábiga; los vinos que no las contienen no deben dar, si acaso, más que trazas por este procedimiento.

#### XLI.—INVESTIGACIÓN DE LA SACARINA

Se seguirá el siguiente procedimiento de M. Blarez:

a) *Modo operatorio.*—Tómense 200 c. c. de vino, añádase dos gramos de ácido fosfórico siruposo, y se destilan, o bien se evaporen en una cápsula, si no se quiere recoger el alcohol, hasta reducirlo a un poco menos de la mitad.

Se deja enfriar algo y se añade poco a poco, en tres veces, revolviendo con un agitador, cada vez cinco centímetros cúbicos de solución de permanganato de potasa al 5 por 100, esperando a que el color, debido al camaleón, haya desaparecido por completo, y que la reacción, que se manifiesta por un desprendimiento de burbujas gasosas, haya terminado.

b) *Agotamiento por el éter.*—De todos los disolventes propuestos, el éter ordinario de 65° es el que da mejores resultados desde todos los puntos de vista. En un recipiente de decantación con llave, de un cuarto de litro de capacidad, se introducen 70 ó 75 c. c. de éter, y después de haberlo agitado, se vierte en ellos 50 c. c. de vino, tratado como se ha dicho anteriormente. Se agita vigorosa y vivamente durante dos o tres minutos, repitiendo dos o tres veces la agitación. Déjese en reposo, y entonces los dos líquidos se separan, y en este momento se abre la llave y saldrá el vino agotado. Con el mismo éter se trata el restante vino preparado y se opera del mismo modo que la

primera vez. El éter queda así separado por completo del vino, y seguidamente se filtra.

c) *Determinación del sabor dulce.*—Se evapora en una cápsula de porcelana el éter que ha servido para el agotamiento en las operaciones anteriores. Cuando el residuo se ha secado bien, se pasa la yema del dedo ligeramente humedecida por la pared interior de la cápsula, y se cata. El sabor dulce, que no se atenúa por la impureza del vino, se aprecia perfectamente, siempre que el vino contenga un milligramo de sacarina por litro; con doble dosis, el sabor es muy pronunciado. Si el sabor dulce no se aprecia, no se podrá afirmar la existencia de sacarina en el vino, aun en el caso en que por tratamientos ulteriores obtuviésemos la formación de salicilato de hierro.

d) *Transformación de la sacarina en ácido salicílico.*—Esta transformación se hace por el procedimiento clásico de fusión con la sosa cáustica. Es operación muy delicada, porque es preciso mantener durante un cierto tiempo una temperatura un poco superior a 250°, y no calentar demasiado. Si el residuo tiene un sabor dulce, se le trafa con tres centímetros cúbicos de lejía de sosa, con la cual se lava la cápsula, y se traspasa a un pequeño crisol de plata.

La cápsula de lava con dos centímetros cúbicos de lejía de sosa, y seguidamente el licor alcalino se vierte en el crisol y se mezcla con el que hay ya en él. El crisol se entierra, dos terceras partes, en un pequeño baño de arena calentada directamente por un mechero Bunsen; el agua se evapora y el producto se deseca por completo. Entonces se coge el crisol con una pinza de hierro y se calienta con mucha precaución a la llama de un Bunsen, de modo que todas las partículas del producto sólido que contiene sufran la fusión. Se remueve la masa con un hilo de platino, para favorecer esta fusión, y se deja enfriar.

e) *Extracción del ácido salicílico formado por fusión con la sosa.*—Se vierte en un crisol de dos a tres centímetros cúbicos de agua, y gota a gota, y revolviendo al propio tiempo, se adiciona ácido clorhídrico puro. Se continúa echando hasta que cese toda efervescencia y se haya obtenido un líquido límpido y francamente ácido. Este líquido es incoloro cuando la operación se hizo bien. Se traspasa a un tubo de ensayo algo ancho, se limpia con agua destilada el crisol, se traspasa al tubo de ensayo el agua del lavado hasta obtener unos 15 centímetros cúbicos del líquido. Se asegura de que el líquido es francamente ácido, pero sin un gran exceso. Una vez frío, se vierte en el tubo 25

centímetros cúbicos de bencina cristalizable y se agita fuertemente repetidas veces durante cinco o seis minutos. La bencina extrae el ácido salicílico. Despues de reposo y separación de los líquidos en dos capas, se separa la bencina, que se lava cuidadosamente, agitándola con 10 centímetros cúbicos de agua destilada; se separa ésta y se filtra la primera en un tubo seco sobre un pequeño filtro de papel, que le quita toda el agua del lavado, pues es preciso no dejar pasar ácido clorhídrico alguno con la bencina. Se añade dentro del tubo en que está la bencina filtrada cinco centímetros cúbicos de agua destilada, a la cual se le ha añadido una gota de solución reciente de alumbre de hierro al 1 por 100. Se agita durante un minuto y se deja reposar.

El líquido acuoso, si existe ácido salicílico, se separa coloreado en violeta amatista más o menos pronunciada.

Habiendo operado en las condiciones expuestas, el ácido salicílico obtenido no puede provenir más que de la sacarina existente en el vino examinado.

#### XLII.—INVESTIGACIÓN DE LA DULCINA

Se le adiciona al vino carbonato de plomo, evaporando al baño maría hasta obtener una pasta espesa. El residuo se trata por el alcohol, y el extracto alcohólico evaporado a sequedad se trata repetidas veces por el éter hasta agotarlo. El extracto etéreo filtrado deposita la dulcina pura, pudiendo reconocerse por su sabor dulce y su punto de fusión (173-174°). Se caracteriza, además, por las reacciones siguientes: A la dulcina en suspensión en un poco de agua se le adiciona de cinco a ocho gotas de una solución de nitrato de mercurio, exento de ácido nítrico; se calienta seguidamente ocho o diez minutos en un baño maría hirviendo, produciéndose en estas condiciones una ligera coloración violeta, que aumenta con la adición de una pequeña cantidad de peróxido de plomo.

Si se calienta la dulcina durante algún tiempo con tres o cuatro gotas de fenol y de ácido sulfúrico concentrado, y se la diluye después con agua y añade amoniaco, resultará que en la superficie de contacto con los dos líquidos, no miscibles inmediatamente, se formará una zona azul.

#### XLIII.—OTRAS DETERMINACIONES E INVESTIGACIONES

Para otras determinaciones o investigaciones analíticas, que pue-

de ser conveniente o necesario realizar en algunos casos, consultense los tratados modernos de análisis.

### Determinaciones numéricas.

En todos los resultados finales de los cálculos que siguen a continuación, debe tenerse en cuenta que deberá añadirse una unidad a la última cifra decimal conservada (del orden que en cada cálculo se indicará), cuando la primera despreciada sea igual o superior a cinco.

#### I.—ALCOHOL EN POTENCIA

Se disminuye en una unidad el número de gramos por litro de materias reductoras, y se multiplica la diferencia por el coeficiente 0.059.

El producto resultante será el alcohol en potencia por 100, o sea el grado alcohólico en potencia al estado de azúcar.

Se expresará en los boletines con una decimal.

#### II.—ALCOHOL TOTAL EN PESO

Se suman el grado alcohólico con el alcohol por 100 en potencia, obtenido según I, y la suma se multiplica por el coeficiente 7.943.

Se expresará en los boletines con una decimal.

#### III.—ACIDEZ FIJA

Del número de gramos y decigramos de acidez total por litro calculado en ácido sulfúrico, se deducirá el número de gramos y decigramos de acidez volátil por litro, calculada también, desde luego, en ácido sulfúrico.

La diferencia será el número de gramos y decigramos de acidez fija por litro de vino, calculada en ácido sulfúrico.

Para tenerla expresada en ácido tártrico, deberá multiplicarse la anterior diferencia por el coeficiente 1.53.

En los boletines se expresará la acidez fija en ácido sulfúrico y tártrico con una decimal.

#### IV.—EXTRACTO SECO OFICIAL SIN AZÚCAR

De la cantidad obtenida por litro para el extracto seco por el método oficial se deducirá íntegramente la cantidad de materias reductoras por litro.

La diferencia que constituye el extracto seco sin azúcar se expresará en gramos y decigramos por litro.