

383R3590

24. 12. 83

Diario Oficial de las Comunidades Europeas

Nº L 363/1

REGLAMENTO (CEE) Nº 3590/83 DE LA COMISIÓN**de 13 de diciembre de 1983****por el que se determinan los métodos de análisis comunitarios del alcohol neutro aplicables en el sector del vino**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Visto el Reglamento (CEE) nº 337/79 del Consejo, de 5 de febrero de 1979, por el que se establece la organización común del mercado vitivinícola ⁽¹⁾, modificado en último lugar por el Reglamento (CEE) nº 1595/83 ⁽²⁾ y, en particular, el apartado 5 de su artículo 11, el apartado 5 de su artículo 12 *bis*, el apartado 9 de su artículo 15, el apartado 8 de su artículo 39, el apartado 6 de su artículo 40 y el apartado 7 de su artículo 41,Considerando que el Reglamento (CEE) nº 2179/83 del Consejo, de 25 de julio de 1983, por el que se establecen normas generales relativas a la destilación de vinos y subproductos de la vinificación ⁽³⁾ prevé que pueda obtenerse alcohol neutro mediante las diferentes destilaciones del sector vitivinícola, tal como dicho alcohol se define en el Anexo del mencionado Reglamento basándose en criterios relativos a su composición; que, para poder verificar el cumplimiento de dichos criterios es preciso adoptar métodos de análisis comunitarios;

Considerando que es conveniente considerar métodos comunitarios de análisis los que gozan de un reconocimiento general y garantizar su aplicación uniforme publicándolos en todas las lenguas de la Comunidad;

Considerando que procede adoptar las medidas transitorias adecuadas para tener en cuenta el alcohol neutro ya

obtenido mediante destilaciones decididas durante la campaña 1983/84;

Considerando que las medidas previstas en el presente Reglamento se ajustan al dictamen del Comité de gestión del vino,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

1. Los métodos de análisis comunitarios del alcohol neutro tal como se define en el Anexo del Reglamento (CEE) nº 2179/83 figuran en el Anexo del presente Reglamento.

2. Los métodos de análisis contemplados en el apartado 1 se aplicarán al alcohol neutro obtenido, a partir de la fecha de entrada en vigor del presente Reglamento, mediante las diferentes destilaciones previstas en el Reglamento (CEE) nº 337/79.

Para el alcohol neutro obtenido antes de la fecha mencionada en el párrafo primero mediante destilaciones decididas durante la campaña vitícola 1983/84, cada uno de los Estados miembros utilizará los métodos de análisis habituales en su territorio.

*Artículo 2*El presente Reglamento entrará en vigor el tercer día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas*.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 13 de diciembre de 1983.

Por la Comisión

Poul DALSAGER

Miembro de la Comisión⁽¹⁾ DO nº L 54 de 5. 3. 1979, p. 1.⁽²⁾ DO nº L 163 de 22. 6. 1983, p. 48.⁽³⁾ DO nº L 212 de 3. 8. 1983, p. 1.

ANEXO

MÉTODOS COMUNITARIOS DE ANÁLISIS DEL ALCOHOL NEUTRO APLICABLES EN EL SECTOR DEL VINO**1. INTRODUCCIÓN****1. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA DESTINADA A ANÁLISIS****1.1. Generalidades**

El volumen de la muestra destinada a análisis de laboratorio será normalmente de 1,5 l, salvo que alguna determinación específica exija la toma de una muestra mayor.

1.2. Preparación de la muestra

Deberá homogeneizarse antes del análisis.

1.3. Conservación

La muestra preparada deberá permanecer en todo momento en un recipiente estanco al aire y a la humedad y conservarse en condiciones que impidan cualquier deterioro: en particular, los tapones de corcho, caucho o plástico no deberían entrar en contacto directo con el alcohol, y la utilización de cera está expresamente prohibida.

2. REACTIVOS**2.1. Agua**

2.1.1. Siempre que sea preciso utilizar agua para preparar una solución, para diluir o para aclarar, contendrá utilizarla destilada o, al menos, desmineralizada de una pureza como mínimo equivalente.

2.1.2. Siempre que se hable de «disolución» o de «dilución» sin mención expresa del reactivo, se entenderá que se trata de una solución acuosa.

2.2. Productos químicos

Salvo indicación en contrario, todos los productos químicos deberán tener la calidad de reactivos para análisis.

3. INSTRUMENTAL**3.1. Lista de instrumental**

La lista de instrumental incluye únicamente los aparatos destinados a una utilización específica y los que responden a una especificación particular.

3.2. Balanza de análisis

Se considerará como tal una balanza de precisión con una sensibilidad de 1/10 mg o superior.

4. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS**4.1. Resultados**

El resultado mencionado en el informe de análisis será la media de al menos dos determinaciones que hayan podido realizarse con una repetibilidad (factor r) satisfactoria.

4.2. Cálculo de los resultados

Salvo indicación en contrario, los resultados deberán calcularse en gramos por hectolitro de etanol al 100 % vol.

4.3. Número de cifras significativas

El resultado no deberá incluir más cifras significativas que las autorizadas por la precisión del método de análisis utilizado.

2. MÉTODO N° 1: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN ALCOHOL

El grado alcohólico volumétrico del alcohol se determinará con arreglo a las disposiciones nacionales en vigor o, en caso de impugnación, con la ayuda de los alcohómetros y aerómetros definidos en la Directiva 76/765/CEE, de 27 de julio de 1976, relativa a los alcohómetros y aerómetros para alcohol (¹).

El grado alcohólico volumétrico se expresará como porcentaje en volumen con arreglo a la Directiva 76/766/CEE del Consejo, de 27 de julio de 1976, referente a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros relativas a las tablas alcohométricas (²).

3. MÉTODO N° 2: EVALUACIÓN DEL COLOR Y LA TRANSPARENCIA

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

El método permite evaluar el color y la transparencia del alcohol neutro.

2. DEFINICIÓN

Se entenderá por color y transparencia el color y la transparencia determinados por el método especificado.

3. PRINCIPIO

El color y la transparencia se evaluarán visualmente, por comparación con el agua sobre un fondo blanco y otro negro.

4. INSTRUMENTAL

4.1. Probetas incoloras de al menos 40 cm de longitud.

5. FORMA DE OPERAR

Colocar dos probetas (punto 4) sobre el fondo blanco o negro e introducir en una de ellas una cantidad de muestra que alcance una altura de unos 40 cm; introducir en la otra agua hasta la misma altura.

Observar la muestra desde arriba, es decir, según el eje longitudinal de la probeta, y compararla con el tubo patrón.

6. INTERPRETACIÓN

Evaluar el color y la transparencia de la muestra observándola de la forma descrita en el punto 5.

4. MÉTODO N° 3: DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DE DECOLORACIÓN DE UNA SOLUCIÓN DE PERMANGANATO

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

El método sirve para determinar el tiempo que tarda un alcohol neutro en decolorar una solución de permanganato.

2. DEFINICIÓN

El tiempo de decoloración de una solución de permanganato, determinado por el método especificado, es el número de minutos necesario para que la coloración de la muestra sea idéntica a la del patrón tras la adición de 2 ml de una solución de 2 ml de permanganato potásico en concentración de 0,2 g/l a 50 ml de muestra.

3. PRINCIPIO

Se determina el tiempo necesario para que el tono de la muestra, tras la adición de una solución de permanganato potásico, sea idéntica a la del patrón, y dicho tiempo se denomina tiempo de decoloración de una solución de permanganato.

(¹) DO n° L 262 de 27. 9. 1976, p. 143.

(²) DO n° L 262 de 27. 9. 1976, p. 149.

4. REACTIVOS

- 4.1. **Solución de permanganato potásico en concentración de 0,2 g/l:** debe tenerse preparada de antemano.
- 4.2. **Solución de cloruro de cobalto.** Pesar con exactitud 5,0 g de cloruro de cobalto (II) cristalizado (hexahidratado) ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) y verterlos en un matraz aforado de 100 ml; disolver con un poco de agua, añadir 2,5 ml de ácido clorhídrico concentrado y añadir agua hasta la marca de aforo.
- 4.3. **Solución de nitrato de uranilo.** Pesar con exactitud 4,0 g de nitrato de uranilo hexahidratado [$\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] y verterlos en un matraz aforado de 100 ml; disolver con un poco de agua, añadir 2,5 ml de ácido clorhídrico concentrado y añadir agua hasta la marca de aforo.
- 4.4. **Patrón de coloración.** Tomar con pipeta 5,0 ml de la solución de cloruro de cobalto (4.2) y 7,0 ml de la solución de nitrato de uranilo (4.3) y verterlos en un matraz aforado de 50 ml; añadir agua hasta la marca de aforo.

5. INSTRUMENTAL

- 5.1. Tubos Nessler de 100 ml de vidrio transparente incoloro graduados a 50 ml con tapón de vidrio esmerilado.
- 5.2. Pipeta de 2 ml.
- 5.3. Termómetro con escala hasta 50 °C con divisiones de 0,1 °C o 0,2 °C.
- 5.4. Balanza de análisis.
- 5.5. Baño termostático a 20 °C \pm 0,5 °C.
- 5.6. Matraces aforados de 50 ml y 100 ml con tapón de vidrio esmerilado.

6. FORMA DE OPERAR

- 6.1. Enjuagar un tubo de ensayo (5.1) con la muestra por analizar, llenarlo hasta el aforo con la muestra y colocarlo en un baño termostático (5.5) a una temperatura constante de 20 °C \pm 0,5 °C. Al cabo de 20 minutos, retirar el tubo del baño, añadir 2 ml de una solución de permanganato potásico (4.1) con una pipeta (5.2). Anotar la hora, tapar inmediatamente el tubo, agitarlo vigorosamente y devolverlo al baño termostático.
- 6.2. Observar el cambio de tono de la solución y compararlo de vez en cuando con el de un segundo tubo lleno con el patrón de coloración (4.4), extrayendo para ello el tubo del baño y colocándolo sobre un fondo blanco. No exponer la solución analizada a la acción directa de los rayos solares mientras dure el ensayo. Anotar la hora en que el tono de la solución analizada se ha igualado con el de la solución patrón.

7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

7.1. Interpretación

El tiempo de decoloración es el tiempo necesario para que el tono del tubo que contiene la muestra se vuelva idéntico al del tubo que contiene el patrón.

7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los tiempos de decoloración de dos ensayos practicados simultáneamente o en sucesión rápida, sobre la misma muestra, por el mismo analista y en condiciones idénticas no debe ser superior a 2 minutos.

8. NOTAS

- 8.1. La presencia de trazas de dióxido de manganeso ejerce un efecto catalizador sobre la reacción; asegurarse de que las pipetas y tubos Nessler utilizados se han sometido a una limpieza escrupulosa y sólo se han utilizado para este fin. Limpiarlos con ácido clorhídrico y aclararlos cuidadosamente con agua; el vidrio no debe presentar ninguna traza de color pardo.

- 8.2. Conviene que se controle escrupulosamente la calidad del agua utilizada para preparar la solución de permanganato diluido (4.1), que no debe absorber permanganato. Si resulta imposible alcanzar la calidad necesaria, es conveniente hervir agua destilada y añadir una pequeña cantidad de permanganato para obtener así una leve coloración rosa. Esta solución debe a continuación refrigerarse para utilizarla en la dilución.
- 8.3. Determinadas muestras pueden decolorarse sin pasar por el tono exacto de la solución de referencia.
- 8.4. La prueba del permanganato resultará falseada si la muestra de alcohol utilizada para el análisis no se ha guardado en un recipiente de vidrio escrupulosamente limpio y cerrado con un tapón de vidrio esmerilado enjuagado previamente con alcohol o rodeado de estaño o de aluminio.

5. MÉTODO N° 4: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN ALDEHÍDOS

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

El método consiste en la determinación del contenido en aldehídos del alcohol neutro, expresado en acetaldehído.

2. DEFINICIÓN

El contenido en aldehídos, expresado en acetaldehído, es el determinado por el método especificado.

3. PRINCIPIO

El color que toma la muestra tras reaccionar con el reactivo de Schiff se compara con el color de soluciones patrón con contenidos en acetaldehídos conocidos.

4. REACTIVOS

4.1. Reactivo de Schiff

Verter en un matraz cónico de 3 000 ml, 1 500 ml de agua y $4,500 \pm 0,005$ g de clorhidrato de p-rosanilina (fucsina básica) y disolver girando el recipiente; añadir $9,60 \pm 0,05$ g de metabisulfito sódico ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$), mezclar y dejar reposar durante 5 a 10 minutos; añadir a continuación 40 ml de solución de ácido sulfúrico de 3 mol/l; mezclar cuidadosamente, tapar y dejar en reposo durante toda la noche; en su caso, introducir carbono activado para decolorar la solución contenida en el matraz. Guardar al abrigo de la luz en una botella coloreada.

Determinar el contenido en anhídrido sulfuroso del reactivo de la siguiente manera: en un matraz cónico de 250 ml, verter con pipeta 10 ml de reactivo de Schiff decolorado, añadir 200 ml de agua y 5 ml de solución de almidón; titular el anhídrido sulfuroso libre con ayuda de una solución patrón de yodo de 0,05 mol/l (0,1 N) hasta que vire el almidón. El contenido en anhídrido sulfuroso debe ser del orden de 2,8 a 4,8 milimoles de SO_2 por 100 ml de reactivo de Schiff; si el contenido no está entre esos límites, se llevará a un valor aceptable incrementándolo por adición de una cantidad adecuada de metabisulfito sódico o reduciéndolo haciendo burbujear aire en la masa del reactivo.

4.2. Soluciones normales de acetaldehído

Pesar con exactitud $1,386 \pm 0,0001$ g de aldehído-amoniaco purificado (véase nota 1 a continuación) y disolver en 1 000 ml de etanol al 96 % vol exento de aldehídos (véase nota 2 a continuación); la solución así obtenida contiene 1 g de acetaldehído/l; diluirla para obtener una concentración de 0,1 g de acetaldehído/l. Volver a diluir para obtener soluciones normales que contengan respectivamente 0,002; 0,003; 0,005; 0,007; 0,009 y 0,01 g de acetaldehído/l, añadiendo para ello etanol al 96 % vol exento de aldehídos.

Nota 1

El aldehído-amoniaco comercial se purifica como sigue: disolver 5 g de aldehído-amoniaco en una pequeña cantidad de etanol absoluto y precipitar por adición de un volumen doble de óxido de dietilo seco. Filtrar los cristales mediante un embudo Buchner, aclarar inmediatamente con dietiléter, secar durante 3 a 4 horas en un secador de vacío en presencia de ácido sulfúrico concentrado; el

aldehído-amoniaco purificado de esta manera debe ser incoloro; en caso contrario, habrá que repetir las operaciones.

Nota 2

El etanol exento de aldehído se obtiene por ebullición de 500 ml de etanol absoluto en circuito cerrado durante 2 horas en presencia de 5 g de m-fenilendiamina seguida de destilación, eliminando los 50 primeros ml del destilado y los 50 últimos; se ajusta la concentración al 96 % vol añadiendo la cantidad necesaria de agua y mezclando.

5. INSTRUMENTAL

- 5.1. Tubos para colorimetría de 20 ml provistos de tapones de vidrio esmerilado y con dos marcas de aforo a 10 y 14 ml.
- 5.2. Pipeta de 5 ml.
- 5.3. Baño termostático a $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 5.4. Espectrofotómetro de absorción equipado de cubetas con una trayectoria óptica comprendida entre 10 y 50 mm.

6. FORMA DE OPERAR

- 6.1. Pipetear en una serie de tubos para colorimetría (5.1) 5 ml de la muestra, 5 ml de cada una de las soluciones patrón (4.2) y 5 ml de agua para que sirva de referencia; ajustar el volumen de solución de los tubos a 10 ml añadiendo agua; añadir a continuación reactivo de Schiff (4.1) a cada uno de los tubos hasta alcanzar el aforo de 14 ml; tapar los tubos, mezclar cuidadosamente su contenido por inversión (simultánea, si es posible) y colocarlos durante 20 minutos en el baño termostático (5.3) a la temperatura constante de $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 6.2. Trasvasar las soluciones a una serie de cubetas de espesor adecuado, teniendo cuidado de poner la solución de referencia en la cubeta de referencia. Determinar la densidad óptica de cada una de las soluciones patrón y de la muestra a 546 nm después de exactamente 20 minutos.

7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

7.1. **Fórmula y método de cálculo**

Trazar la curva que representa las variaciones de densidad óptica en función del contenido en acetaldehído y determinar sobre el mismo el contenido de la muestra.

El contenido en aldehídos, expresado en g de acetaldehído por hl de etanol al 100 % vol, viene dado por la fórmula:

$$\frac{10,000 A}{T}$$

en la que:

A = contenido en acetaldehído de la muestra expresado en g/l y determinado por referencia a la curva patrón.

T = grado alcohólico volumétrico de la muestra determinado según el método nº 1.

7.2. **Repetibilidad**

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida, por el mismo analista, sobre la misma muestra y, en condiciones idénticas, no debe exceder de 0,1 g de aldehído por hl de etanol al 100 % vol.

6. MÉTODO Nº 5: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN ALCOHOLES SUPERIORES

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Se trata de un método de determinación del contenido en alcoholes superiores del alcohol neutro, expresado como metil-2-propanol-1.

2. DEFINICIÓN

El contenido en alcoholes superiores expresado como metil-2-propanol-1 es el determinado por el método especificado.

3. PRINCIPIO

A 492 nm, con una corrección en caso de presencia de aldehídos en la muestra, se determinan las absorbencias de los complejos coloreados que resultan de la reacción de los alcoholes superiores con un aldehído aromático en ácido sulfúrico diluido en caliente (reacción de Komarowsky) y se comparan con la coloración obtenida por reacción de metil-2-propanol-1 en las mismas condiciones.

4. REACTIVOS

4.1. **Solución de aldehído salicílico al 1 % en peso**, preparada por adición de 1 g de aldehído salicílico a 99 g de etanol al 96 % vol (exento de fuselol).

4.2. **Ácido sulfúrico concentrado**, de masa volúmica igual a 1,84 g/cm³.

4.3. **Metil-2-propanol-1**.

4.4. **Soluciones normales de metil-2-propanol-1**

Diluir el metil-2-propanol-1 (4.3) en una solución acuosa de etanol al 96 % vol para obtener una serie de soluciones normales que contengan respectivamente 0,2; 0,4; 0,6 y 1,0 g de metil-2-propanol-1 por hl de solución.

4.5. **Soluciones normales de acetaldehído**

Preparar las soluciones normales de conformidad con el punto 4.2 del método n° 4.

4.6. **Etanol al 96 % vol**, exento de alcoholes superiores y de aldehídos.

5. INSTRUMENTAL

5.1. Espectrofotómetro que permita determinar la absorbencia de soluciones a 492 nm.

5.2. Cubetas de espectrofotómetro de 10, 20 y 50 mm de espesor.

5.3. Baño termostático a 20 °C ± 0,5 °C.

5.4. Tubos de ensayo.

6. FORMA DE OPERAR

6.1. **Contenido en aldehídos**

Determinar el contenido de la muestra en aldehídos expresado como acetaldehído por el método n° 4.

6.2. **Curva patrón; metil-2-propanol-1**

Tomar con la pipeta 10 ml de cada una de las soluciones normales de metil-2-propanol-1 (4.4) y 10 ml de etanol (4.6) e introducirlos en tubos de ensayo de 50 ml provistos de un tapón de vidrio esmerilado cada uno. Tomar con la pipeta 1 ml de solución de aldehído salicílico (4.1) e introducirla en los tubos; añadir 20 ml de ácido sulfúrico (4.2). Mezclar cuidadosamente el contenido de los tubos por inversión (teniendo la precaución de levantar los tapones de vez en cuando). Dejar en reposo a temperatura ambiente durante 10 minutos y a continuación llevar al baño termostático (5.3) a 20 °C ± 0,5 °C. Pasados 20 minutos, verter el contenido de los tubos en las cubetas del espectrofotómetro.

Exactamente 30 minutos después de haber añadido el ácido sulfúrico, determinar la absorbencia de las soluciones a 492 nm utilizando el agua de la cubeta de referencia del espectrofotómetro.

Llevar a un gráfico los valores de absorbencia en función de la concentración de metil-2-propanol-1.

6.3. **Curva patrón: aldehídos**

Repetir la operación descrita en el punto 6.2 sustituyendo los 10 ml de cada una de las soluciones de referencia de metil-2-propanol-1 por 10 ml de las soluciones de referencia de acetaldehído.

Llevar a un gráfico los valores de absorbencia a 492 nm en función de la concentración de acetaldehído.

6.4. Determinación de la muestra

Repetir la operación descrita en el punto 6.2 sustituyendo los 10 ml de cada una de las soluciones de referencia de metil-2-propanol-1 por 10 ml de la muestra.

Determinar la absorbencia de la muestra.

7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

7.1. Fórmula y método de cálculo

7.1.1. Corregir el valor de la absorbencia de la muestra sustrayendo el valor de la absorbencia correspondiente al contenido en aldehídos de la misma (determinado a partir de la curva patrón construida con arreglo al punto 6.3).

7.1.2. Determinar el contenido en alcoholes superiores, expresado como metil-2-propanol-1, de la muestra con ayuda de la curva patrón construida con arreglo al punto 6.2, pero utilizando el valor corregido (7.1.1).

7.1.3. El contenido en alcoholes superiores expresado como gramos de metil-2-propanol-1 por hl de etanol al 100 % vol viene dado por la siguiente fórmula:

$$\frac{A \times 100}{T}$$

A = contenido en alcoholes superiores de la muestra, calculado de conformidad con el punto 7.1.2.

T = grado alcohólico volumétrico de la muestra, determinado según el método nº 1.

7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones realizadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, sobre la misma muestra, en las mismas condiciones no debe exceder de 0,25 g/hl de etanol al 100 % vol.

7. MÉTODO Nº 6: DETERMINACIÓN DE LA ACIDEZ TOTAL

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

El método permite determinar la acidez total, expresada en ácido acético, del alcohol neutro.

2. DEFINICIÓN

La acidez total, expresada en ácido acético, es la determinada por el método especificado.

3. PRINCIPIO

Tras desgasificación, se titula la muestra con ayuda de una solución patrón de sosa y se expresa la acidez en ácido acético.

4. REACTIVOS

4.1. **Solución de sosa de 0,01 mol/l**, conservada en condiciones que reduzcan al mínimo el contacto con el dióxido de carbono.

4.2. **Rojo de fenol en solución acuosa** de 1 g/l: preparar por disolución del indicador en una cantidad suficiente de solución de sosa (4.1) y diluir con agua. Esta solución indicadora se utiliza cuando no se cuenta con un pHmetro.

5. INSTRUMENTAL

- 5.1. pHmetro de una precisión del orden de 0,1 unidades de pH.
- 5.2. Electrodo: electrodo de vidrio combinado o electrodo simple más otro de referencia, además de pinzas adaptadas para sujetarlos.

6. FORMA DE OPERAR

- 6.1. Desgasificar una fracción de la muestra calentándola hasta ebullición y enfriándola bruscamente a continuación o haciendo burbujear nitrógeno a través de la misma.
- 6.2. Neutralizar alrededor de 50 ml de agua previamente hervida y enfriada en un vaso o en un matraz cónico. Pipetear en ella 50 ml de muestra desgasificada y titular con una solución patrón de sosa (4.1), bien (a) hasta desaparición de la coloración roja de la solución indicadora (4.2), bien (b) hasta pH 7,8 utilizando un pHmetro y electrodos (5.1 y 5.2). Sea V_0 el volumen de líquido titulado, expresado en ml.

7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

7.1. Fórmula y método de cálculo

La acidez total, expresada en gramos de ácido acético por hl de etanol al 100 % vol, viene dada por la fórmula

$$1,2 V_0 \times \frac{100}{T}$$

V_0 = número de ml de solución de sosa de 0,01 mol/l necesarios para la neutralización.

T = grado alcohólico volumétrico de la muestra, determinado por el método nº 1.

7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, sobre la misma muestra, en condiciones idénticas no debe exceder de 0,3 g/hl de etanol al 100 % vol.

8. MÉTODO Nº 7: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN ÉSTERES

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

El método consiste en determinar el contenido en ésteres del alcohol neutro, expresándolo en acetato de etilo.

2. DEFINICIÓN

El contenido en ésteres es el determinado por el método especificado y expresado en acetato de etilo.

3. PRINCIPIO

En presencia de cloruro de hidroxilamonio en solución alcalina, los ésteres reaccionan cuantitativamente para formar ácidos hidroxámicos; en presencia de iones férricos en solución ácida, esos ácidos forman complejos coloreados. Las densidades ópticas de estos compuestos se miden a 525 nm.

4. REACTIVOS

- 4.1. Ácido clorhídrico de 4 mol/l.
- 4.2. Solución de cloruro férrico de 0,37 mol/l en ácido clorhídrico de 1 mol/l.

- 4.3. **Solución de cloruro de hidroxilamonio de mol/l** conservada en frigorífico.
- 4.4. **Solución de sosa de 3,5 mol/l.**
- 4.5. **Soluciones patrón de acetato de etilo** con 0,0; 0,4; 0,6; 0,8 y 1,0 g de acetato de etilo por hl de solución acuosa de etanol exenta de éster al 50 % vol.
5. INSTRUMENTAL
- 5.1. Espectrofotómetro de absorción equipado con cubetas de 50 mm de espesor.
6. FORMA DE OPERAR
- 6.1. **Preparación de la muestra**

Determinar el grado alcohólico de la muestra (según el método nº 1) y llevar una fracción de la misma al 50 % vol por adición de agua.
- 6.2. Pipetear en tubos de ensayo fracciones de 10,0 ml de la muestra por dosificar y de cada una de las soluciones patrón, incluyendo la solución de referencia exenta de acetato de etilo.

Añadir a cada tubo 2,0 ml de cloruro de hidroxilamonio (4.3) y a continuación, sólo en el tubo de referencia, 2,0 ml de ácido clorhídrico (4.1).

Añadir a continuación a cada tubo 2,0 ml de la solución de sosa y mezclar.

Tras 15 minutos, añadir revolviendo 2,0 ml de ácido clorhídrico (4.1) a todos los tubos, con excepción del de referencia, y 2 ml de solución de cloruro férrico (4.2) también a todos los tubos.
- 6.3. Introducir el contenido de cada uno de los tubos en la cubeta del espectrofotómetro de 50 mm de espesor y medir la densidad óptica de cada solución a 525 nm; la solución de referencia se coloca en la segunda cubeta.
7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS
- 7.1. **Fórmula y método de cálculo**

Llevar a un gráfico las densidades ópticas de las soluciones patrón en función del contenido.

Determinar el contenido en ésteres de la muestra con ayuda de la curva.

Multiplicar el valor obtenido por 2,0 para obtener el contenido total de la muestra en ésteres, expresado en g de acetato de etilo por hl de etanol al 100 % vol.
- 7.2. **Repetibilidad**

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, sobre la misma muestra, en condiciones idénticas no debe exceder de 0,2 g de ésteres por hl de etanol al 100 % vol expresada como acetato de etilo.
9. **MÉTODO Nº 8: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN BASES NITROGENADAS VOLÁTILES**
1. **OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN**

El método consiste en determinar el contenido en bases nitrogenadas volátiles de los alcoholes neutros, expresado en nitrógeno.
2. **DEFINICIÓN**

El contenido en bases nitrogenadas volátiles es el contenido, expresado en nitrógeno, determinado por el método especificado.

3. PRINCIPIO

Se evapora la muestra en presencia de ácido sulfúrico hasta la obtención de un volumen muy reducido, y a continuación se determina el contenido en amoníaco por el método de microdifusión de Conway.

4. REACTIVOS

4.1. Ácido sulfúrico, 1 mol/l.

4.2. **Solución indicadora de ácido bórico:** disolver 10 g de ácido bórico, 8 mg de bromocresol y 4 mg de rojo de metilo en propanol-2 al 30 % vol y ajustar a 1 000 por adición de propanol-2 al 30 % vol.

4.3. **Solución de potasa, 500 g/l,** exenta de anhídrido carbónico.

4.4. **Ácido clorhídrico, 0,02 mol/l**

5. INSTRUMENTAL

5.1. Cápsula de evaporación de capacidad suficiente para una muestra de 50 ml.

5.2. Baño de María.

5.3. Vaso de Conway con cierre hermético; véanse la descripción y las dimensiones aconsejadas en la figura 1.

5.4. Microbureta de 2 a 5 ml, con divisiones de 0,01 ml.

6. FORMA DE OPERAR

6.1. Pipetear 50 ml de la muestra (si se prevé un contenido en nitrógeno inferior a 0,2 g/hl de muestra, pipetear 200 ml) en una cápsula de vidrio, añadir 1 ml de ácido sulfúrico 1 mol/l (4.1), llevar la cápsula (5.1) al baño de María (5.2) y evaporar hasta obtener un residuo de alrededor de 1 ml.

6.2. Pipetear 1 ml de la solución indicadora de ácido bórico (4.2) en el vaso interior del reactor de Conway (5.3) y aclarar el residuo líquido de la evaporación (6.1) en el vaso exterior. Inclinar ligeramente el reactor y añadir alrededor de 1 ml de solución de potasa (4.3) en el vaso externo lo más rápidamente posible, pero también lo más lejos posible de la masa de líquido del mismo. Cerrar inmediatamente el vaso de Conway con una tapa hermética impregnada de grasa.

6.3. Mezclar las dos soluciones en el vaso externo, teniendo cuidado para no verter el líquido de un vaso en el otro. Dejar en reposo durante 2 h.

6.4. Titular el amoníaco del vaso interno con una solución de ácido clorhídrico 0,02 mol/l (4.4), utilizando para la neutralización una microbureta (5.4). El volumen de ácido utilizado debería estar comprendido entre 0,2 y 0,9 ml. Sea V_1 dicho volumen, expresado en ml.

6.5. Efectuar una dosificación en blanco repitiendo las operaciones descritas en los puntos 6.1 a 6.4, pero sustituyendo los 50 ml de muestras mencionados en la sección 6.1 por el mismo volumen de agua. Sea V_0 el volumen de ácido clorhídrico utilizado, expresado en ml.

7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

7.1. Fórmula y método de cálculo

El contenido en bases nitrogenadas volátiles, expresado en gramos de nitrógeno por hl de etanol al 100 % vol, viene dado por la fórmula

$$0,56 (V_1 - V_0) \times \frac{100}{T}$$

en la que

V_1 = volumen, en ml, de ácido clorhídrico necesario para neutralizar la muestra.

V_0 = volumen, en ml, de ácido clorhídrico utilizado en el ensayo en blanco.

T = grado alcohólico volumétrico de la muestra, determinado por el método nº 1.

7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, sobre la misma muestra y en condiciones idénticas no debe exceder de 0,05 g por hl de etanol al 100 % vol.

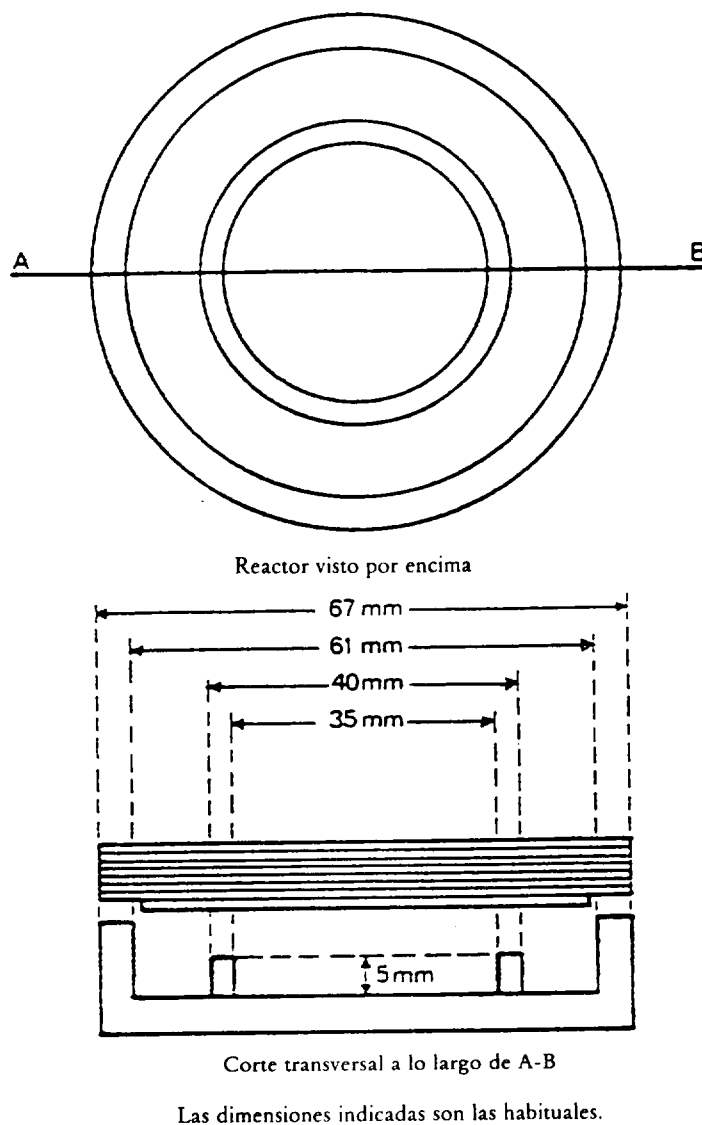


Figura 1

Reactor de Conway

10. MÉTODO N° 9: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN METANOL

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

El método consiste en determinar el contenido en metanol del alcohol neutro.

2. DEFINICIÓN

El contenido en metanol es el contenido en metanol determinado por el método especificado.

3. PRINCIPIO

La concentración de metanol se determina por inyección directa de la muestra en un cromatógrafo en fase gaseosa.

4. FORMA DE OPERAR

Es aceptable cualquier método de cromatografía gaslíquido, siempre que, en las condiciones operativas adoptadas, la columna de cromatografía en fase gaseosa permita obtener una separación clara de los diversos componentes: metanol, acetaldehído, etanol y acetato de etilo. El límite de detección del metanol en el etanol debe ser inferior a 2 g/hl.

5. REPETIBILIDAD

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, sobre la misma muestra, en condiciones idénticas no debe exceder de 2 g de metanol por hl de etanol al 100 % vol.

11. MÉTODO Nº 10: DETERMINACIÓN DEL EXTRACTO SECO

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

El método consiste en determinar el contenido en residuo seco de los alcoholes neutros.

2. DEFINICIÓN

Se llama contenido en extracto seco al contenido en materia seca determinado por el método especificado.

3. PRINCIPIO

Se seca a 103 °C una fracción de la muestra y se determina la concentración del residuo por gravimetría.

4. INSTRUMENTAL

4.1. Baño de María, en ebullición.

4.2. Cápsula de evaporación de capacidad suficiente.

4.3. Desecador con gel de sílice claramente activado (u otro desecante equivalente) con indicador del grado higrométrico.

4.4. Balanza de análisis.

4.5. Estufa a una temperatura de 103 °C ± 2 °C.

5. FORMA DE OPERAR

Pesar con una precisión de una décima de mg una cápsula de evaporación limpia y seca (4.2) (M_0); pipetear un volumen adecuado de muestra en la cápsula (entre 100 y 250 ml) (V_0 ml); llevar la cápsula con la muestra al baño de María en ebullición (4.1) y dejar evaporar; introducir en la estufa (4.5) a 103 °C ± 2 °C durante 30 minutos y a continuación llevar la cápsula que contiene el residuo a un desecador (4.3); dejar que se enfríe durante 30 minutos y a continuación pesar, con una precisión de una décima de mg, la cápsula con el residuo (M_1).

6. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

6.1. Fórmula y método de cálculo

El contenido en residuo seco expresado en g por hl de etanol al 100 % vol viene dado por la fórmula

$$\frac{(M_1 - M_0) \times 10^7}{V_0 \times T}$$

en la que:

M_0 = masa de la cápsula limpia y seca, expresada en g.

M_1 = masa de la cápsula con el residuo tras desecación, expresada en g.

V_0 = volumen de la muestra sometido a desecación.

T = grado alcohólico volumétrico de la muestra, determinado por el método nº 1.

6.2. Repetibilidad

La diferencia entre el resultado de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, sobre la misma muestra, en condiciones idénticas no debe exceder de 0,5 g por hl de etanol al 100 % vol.

12. MÉTODO N° 11: ENSAYO PARA ESTABLECER LA AUSENCIA DE FURFURAL**1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN**

El método sirve para detectar la presencia de furfural en el alcohol neutro.

2. DEFINICIÓN

La concentración límite de furfural detectable es el valor determinado por el método especificado.

3. PRINCIPIO

La muestra de alcohol diluido se mezcla con anilina y ácido acético glacial. La aparición de una coloración rosa salmón dentro de los veinte minutos siguientes a la mezcla revela la presencia de furfural.

4. REACTIVOS

4.1. Anilina perfectamente destilada.

4.2. Ácido acético glacial.

5. INSTRUMENTAL

Tubo de ensayo con tapón de vidrio esmerilado.

6. FORMA DE OPERAR

Diluir la muestra hasta obtener una concentración de etanol al 50 % vol.

En un tubo de ensayo (5), pipetear 10 ml de la muestra diluida; añadir 0,5 ml de anilina y 2 ml de ácido acético glacial; agitar para mezclar bien los reactivos.

7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS**7.1. Interpretación del ensayo**

Si antes de 20 minutos aparece una coloración rosa salmón, el ensayo se considera positivo: la muestra contiene furfural.

7.2. Observaciones

Los resultados de dos ensayos efectuados simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, sobre la misma muestra, en condiciones idénticas deben ser idénticos.
