

XVI.—INVESTIGACIÓN DE LAS ADICIONES AL VINO DE MOSTO, MISTELA
O JARABE DE AZÚCAR

Para comprobar la presencia de mostos o jarabes en un vino dulce, se operará según el siguiente método de M. Barez:

Cuando un mosto ha fermentado suficientemente para convertirse en un vino, es decir, cuando ha adquirido, por lo menos, cinco grados de alcohol, las proporciones de levulosa que contiene, con relación a la glucosa, son aproximadamente de dos tercios por un tercio. Si se divide el peso total de azúcares reductores por litro (que en XV hemos llamado P), por la desviación polarimétrica a 15° , en tubo de dos decímetros y en grados sacarimétricos (que hemos llamado a), se tendrá una relación $\frac{P}{a}$, que deberá tener un valor muy próximo a tres. Por tanto, siempre que esta relación sea superior a 3,5, se podrá deducir la adición de mosto, insuficientemente fermentado, al vino analizado. Si dicha relación es próxima a cinco, es igual a cinco o es superior a cinco, se podrá deducir que el mosto adicionado no ha fermentado, o bien que ha existido adición de mistela, de azúcar cristallizable invertido o de jarabe de azúcar.

La adición de jarabe de fécula o de glucosa dará una relación todavía más elevada, o bien comunicará al vino un poder rotatorio dextrogiro, en cuyo caso deberá investigarse la dextrina del modo como se indicó anteriormente.

Preparación de soluciones valoradas y reactivos.

Para la preparación de soluciones normales, decinormales, ácidas y alcalinas, puede partirse del ácido oxálico normal o de la valoración de los ácidos por medio del carbonato sódico puro.

Nosotros tomaremos como líquido tipo el oxálico normal.

Preparación del ácido oxálico normal.—Se toman exactamente 62,50 gramos de ácido oxálico seco y puro (si no lo es, se purificará por cristalización del modo como indican los tratados especiales), y puestos en un matraz aforado de 1.000 c. c., se le añade medio litro de agua a unos 60° , y se agita para que se disuelva; luego se le añade más agua, hasta que falte poco para el enrase; se mezcla y se enfría hasta que llegue a 15° , y entonces se completan exactamente los 1.000 c. c.; se mezcla bien, se conserva en frasco bien tapado y fuera de la acción de la luz, para asegurar la conservación del título.

Bien purificado el ácido oxálico, no debe dejar ningún residuo por calcinación.

Preparación de la solución normal de sosa.—Se toman unos 45.0 gramos de sosa y se disuelven en unos 300 ó 400 c. c. de agua en un matraz aforado de 1.000 c. c.; se diluye luego la solución, hasta obtener el litro exacto a 15°; se mezcla bien y se procede a la valoración del modo siguiente:

Se toman 10 c. c. de ácido oxálico normal, y se le añaden cinco o seis gotas de fenoltaleína, y por medio de una bureta llena de sosa que se ha preparado, se va añadiendo gota a gota, hasta que el líquido vire al rojo persistente.

Como la cantidad de sosa que hemos tomado es bastante superior a 39,93 gr., que es lo que debe contener el litro de sosa normal, es natural que para saturar los 10 c. c. de ácido oxálico normal hayamos empleado menos de 10 c. c. de la sosa preparada.

Supongamos, por ejemplo, que hemos empleado 8,5 c. c. de sosa.

Estos 8,5 c. c. de sosa, para que sean normal, es necesario que ocupen un volumen de 10 c. c.; luego a 8,5 c. c. de sosa habrá que añadir 1,5 c. c. de agua destilada; por tanto, si suponemos que nos quedan 960 c. c. de la solución, pues habrá desaparecido lo que falta hasta 1.000 entre el lavado de la bureta y los dos ensayos, por lo menos, que se hayan hecho.

Así:

$$\frac{8,5}{1,5} = \frac{960}{x}, x = 169,4,$$

o sea que a los 960 c. c. de sosa que han quedado se le añaden 169,4 centímetros cúbicos de agua destilada, y, bien mezclado, tendremos la sosa normal.

Con este líquido debe hacerse otro ensayo con el oxálico, y si no hay error, los 10 c. c. del oxálico normal deben ser saturados exactamente por 100 c. c. de la sosa obtenida.

Un centímetro cúbico de sosa normal = 0,049 de ácido sulfúrico.

Preparación del ácido sulfúrico normal.—Se toman unos 52 gr. de ácido sulfúrico de 1,84 de densidad, y se echa, poco a poco, en un matraz de 1.000 c. c. y que contenga unos 300 c. c. de agua destilada; se deja enfriar, y luego se completa el volumen del litro a 15°.

Para hacer la valoración se toman 10 c. c. de este ácido en un vaso, se le añaden unas cinco gotas de fenoltaleína, y con una bureta se

va añadiendo gota a gota la solución normal de sosa, hasta que vire el rojo persistente.

Supongamos que hemos empleado 12 c. c. de sosa normal. Esto nos indica que los 10 c. c. del sulfúrico debían ocupar un volumen de 12 c. c.; por tanto, a 10 c. c. del sulfúrico hay que añadirle 2 c. c. de agua destilada.

Luego si quedan 950 c. c. de sulfúrico, tendremos:

$$\frac{10}{2} = \frac{950}{x}, x = 190.$$

Añadiendo, pues, a los 950 c. c. del sulfúrico 190 c. c. de agua, tendremos el líquido normal de ácido sulfúrico. Como comprobación, debe hacerse con este líquido un nuevo ensayo, y ver si se corresponden el líquido ácido y el básico en volúmenes iguales.

Acido sulfúrico decinormal. Sosa decinormal.—Se toman 100 centímetros cúbicos de los líquidos normales correspondientes, y con agua destilada se completan los 1.000 c. c. para cada uno de ellos.

Un centímetro cúbico de sosa decinormal es igual a 0,0049 de ácido sulfúrico.

Es conveniente hacer un ensayo, como antes, para ver si se corresponden a igualdad de volumen.

Fenolftaleína.—Se toman tres gramos de fenolftaleína y se disuelven en 100 c. c. de alcohol absoluto.

Preparación del líquido gipsométrico especial para la determinación de los sulfatos por el método aproximado, fijando límites.—Se toman 14 gramos de cloruro bórico, 50 gramos de ácido clorhídrico concentrado y agua destilada hasta 1.000 c. c., agitando hasta completa disolución.

Para la comprobación de este líquido deberá tenerse en cuenta que un centímetro cúbico de líquido gipsométrico equivale a 10 c. c. de solución de sulfato potásico.

Subacetato de plomo. — En una gran cápsula de porcelana se ponen:

Acetato neutro de plomo	950 gramos.
Litargirio en polvo fino	280 —
Agua destilada	2.500 c. c.

Se hace digerir esta mezcla agitando con frecuencia, durante seis horas, a una temperatura de 60°, próximamente, en baño maria. Se deja enfriar y se decanta el líquido.

Preparación y valoración del líquido Fehling.—Se preparan por separado dos soluciones, que llamaremos *A* y *B*.

Solución A.—Se pesan 69,278 gr. de sulfato cúprico puro y cristalizado, se disuelven en una mezcla de 500 c. c. de agua y 10 c. c. de ácido sulfúrico, calentado en una cápsula; se traslada, una vez frío, a un matraz aforado de un litro, completando este volumen con el agua de loción de la cápsula y agua destilada.

Solución B.—Se disuelven en agua destilada caliente 346 gr. de tartrato sódico potásico (sal de Seigmette), cristalizado y puro en medio litro de agua; después, ya frío, se agregan 103,2 gr. de sosa cáustica sin carbonato, y puesto en un matraz aforado, se completan los 1.000 centímetros cúbicos con agua destilada, y se filtra. Las dos soluciones deben conservarse en frascos separados, y ser mezcladas, en partes rigurosamente iguales, solamente en el momento de su empleo.

10 c. c. de solución *A*, mezclados con 20 c. c. de solución *B*, deben ser reducidos exactamente por 0,1 de glucosa; pero como no hay seguridad de que el sulfato cúprico sea perfectamente puro, el líquido Fehling debe valorarse siempre que debe usarse para determinar el azúcar por el método volumétrico, y para ello se operará del modo siguiente: Se pesan 4,75 gr. de azúcar cande puro en polvo, previamente lavado con alcohol y desecado a 70°; se ponen en un matraz de litro, con 500 c. c. de agua y 10 c. c. de ácido clorhídrico puro de 22° Baumé; se calienta en baño maría y se tiene veinticinco minutos a la ebullición del baño; se deja enfriar por completo; se satura exactamente por sosa, se agregan dos gramos de fenol, para asegurar la conservación, y se completa a 15° el volumen de un litro con agua destilada, y se mezcla bien el líquido.

Tendremos así una solución de 0,005 gr. de glucosa por centímetro cúbico, con la cual llenaremos una bureta dividida en décimas de centímetro cúbico y provistas de una pinza.

Se mezclarán entonces 10 c. c. de la solución *A*, y otros 10 de la *B*, en un tubo de Violet; se les añadirá 20 c. c. de agua destilada y se llevará a la ebullición, haciendo gotear entonces lentamente sobre el líquido hirviendo el contenido en la bureta, procurando no se detenga la ebullición, continuando así hasta que se observe que la coloración azul empieza a desaparecer.

Se continúa con mayor precaución, haciendo, de cuando en cuando, un ensayo cualitativo de la presencia del cobre.

Para ello se depositará sobre un pedazo de papel filtro blanco y

seco algunas gotas de una solución de ferrocianuro potásico saturado en frío, frescamente preparada y fuertemente acidificada por el ácido acético.

Por medio de un agitador de vidrio se irá sucesivamente depositando al lado de estas gotas de ferrocianuro de potasio una gota de la solución de cobre caliente.

Si la línea de separación de dos gotas se conserva incolora, será señal de haberse añadido un exceso de disolución de azúcar, y habrá que hacer un nuevo ensayo, añadiendo algo menos de esta disolución.

Si la línea de separación de las dos gotas se colorea en castaño (ferrocianuro de cobre), será señal de que hay todavía líquido cúprico sin descomponer, y en este caso se añadirá todavía, gota a gota, el líquido azucarado sobre el contenido en el tubo Violet, sometido a la ebullición, continuando así hasta que se llegue a un punto límite tal, que por un exceso tan pequeño como sea posible de solución de azúcar la reacción del cobre no se produzca.

El número de centímetros cúbicos de líquido azucarado empleado para obtener este resultado será comprobado por una segunda y una tercera operación.

Sea n este número de centímetros cúbicos : $n \times 0,005$ gr. de glucosa serán los que han sido precisos para descomponer la mezcla de los 10 centímetros cúbicos de la solución A y los 10 c. c. de la solución B.

Solución decinormal de iodo.—Purificación del iodo.—Para obtener iodo puro y seco, se tritura el sublimado del comercio con la cuarta parte de su peso de yoduro potásico, y puesta la mezcla en una cápsula de porcelana, se la calienta sobre una placa de hierro; primero se expulsa el agua, y cubriéndola entonces con un gran vidrio de reloj u otra cápsula, se sublima el iodo puro en láminas cristalinas.

Para preparar la solución decinormal de iodo, se pesan 12,7 gr. de iodo purificado, y se echan rápidamente en un embudo cuyo tallo tenga un diámetro bastante grande, y que esté colocado en la boca de un matraz tarado de un litro, y con un filete de agua se arrastra todo el iodo al matraz, lavando el vidrio de reloj donde se ha pesado el iodo.

Inmediatamente se añaden 100 c. c. de una solución calentada a unos 60° de yoduro potásico (25 gramos de yoduro potásico en 100 centímetros de agua), procurando que corra a lo largo de las paredes del embudo y del matraz.

Se cierra el matraz. y agitando, se disuelve con rapidez el iodo.

Preparación de las soluciones necesarias para los métodos volumétricos de determinación del anhídrido sulfuroso. — *Líquido de yodo N/50.*—Se toman 2,54 gr. de iodo y se disuelven en 100 c. c. de solución de yoduro potásico, que tiene siete gramos de yoduro, y luego se completa el volumen de 1.000 c. c.

Líquido alcalino.—Será de potasa aproximadamente normal (56 gramos de potasa cáustica en un litro de agua destilada).

Líquido ácido.—Se preparará con un volumen de ácido sulfúrico puro de 66° y dos volúmenes de agua destilada.

Solución de almidón.—Se prepara desliendo un poco de almidón de trigo o fécula de patata en un poco de agua fría, y vertiendo la mezcla sobre unas cien veces su peso de agua hirviendo; se deja enfriar en reposo, y se decanta el líquido claro, que es el que se usa.

Es conveniente prepararlo en el momento que se emplea.

Preparación de las soluciones necesarias para los métodos gravimétricos de determinación del anhídrido sulfuroso. — *Solución de iodo.*—N/50 aproximada.

Solución de arsenito de sosa alcalino.—Se disolverá un gramo de ácido arsenioso puro, con tres gramos de carbonato sódico cristalizado puro, en 600 c. c. de agua destilada, calentando y completando el volumen hasta 1.000 c. c. una vez enfriada.

La solución de arsenito deberá ser oxidada por un volumen igual de la solución de iodo.

Debiendo ser empleadas estas dos soluciones como reactivos y no como líquidos valorados, no hay necesidad de verificar su exactitud con rigurosa precisión.

Preparación de acetato de mercurio.—Se disuelven 10 gr. de óxido rojo de mercurio en una mezcla de 35 gr. de ácido acético cristalizabile y 120 gr. de agua destilada.

Preparación de las soluciones necesarias para la determinación del tanino.—*Solución de acetato de cinc amoniacal.*—Se disuelven en agua 4,5 gr. de acetato de cinc; se añade amoníaco, hasta que el precipitado formado se redissuelva, y se completa con agua destilada hasta los 200 centímetros cúbicos.

Solución valorada de permanganato potásico. — Se pesan 0,558 gramos de permanganato cristalizado y se disuelven en agua en un matraz aforado de un litro, y se completa el volumen de 1.000 c. c. a

15', resultando que un centímetro cúbico de esta solución equivale a un gramo de tanino.

Solución sulfúrica de indigo.—Se toma 1,5 gr. de indigotina sublimada y se disuelve en unos 30 gr. de ácido sulfúrico puro. Al cabo de algunos días se diluye el líquido, hasta formar un litro, y se filtra.

Valoración de la solución de indigo.—Se toman 10 c. c. de la solución de indigo; se le añaden 10 c. c. de ácido sulfúrico puro y se diluye con agua hasta un litro. Se pone este líquido en un vaso de precipitar, que se coloca encima de un papel blanco, y se va añadiendo con una bureta la solución de permanganato, agitando el líquido hasta la aparición del tinte amarillo, que indica el final de la operación, operando como si se tratase de determinar el tanino en un vino. El número de centímetros cúbicos empleados representa el título del líquido de indigo.

Preparación del líquido especial de nitrato de plata para el método volumétrico de determinaciones de los cloruros.—Se disuelven 2,906 gramos de nitrato de plata puro, fundido en agua destilada, y se completa hasta un litro. Para la comprobación de este líquido debe tenerse en cuenta que 10 c. c. de líquido de nitrato de plata equivalen a 10 centímetros cúbicos de solución de cloruro sódico al 1 por 1.000.

Solución decinormal del nitrato de plata.—Se prepara disolviendo 16,87 gr. de nitrato argentino puro y desecado en medio litro de agua, agregando unas gotas de ácido nítrico para que se conserve mejor, y completando con agua 1.000 c. c. exactos a 15°. Se guarda este líquido en frascos amarillos o cubiertos de papel negro. El indicador que se emplea es una solución saturada de cromato potásico; un centímetro cúbico de nitrato argéntico decinormal = 0,0035 de cloro.

Nitromolibdato amónico. — Se disuelven 75 gr. de molibdato amónico en agua suficiente para formar 500 c. c. Se filtra el líquido y se va añadiendo poco a poco y agitando 500 c. c. de nítrico puro, de densidad 1,20. Se deja depositar durante ocho días y se filtra.

Mixtura magnésiana.—Se disuelven 55 gr. de cloruro magnésico puro y cristalizado en 300 c. c. de agua destilada. Se disuelven también 105 gr. de cloruro amónico en 350 c. c. de agua destilada. Se mezclan estas dos soluciones y se añaden a la mezcla 250 c. c. de amoniaco y agua hasta formar un litro. Se agita y se deja reposar y se conserva el líquido en frasco bien tapado.

Sulfato de difenilamina.—Se toma un gramo de sulfato de difenil-

amina y se disuelve en 50 c. c. de agua y 50 c. c. de ácido sulfúrico puro sin vapores nitrosos.

Solución de cloruros platinicos.—Se disuelven 35 gr. de cloruro platinico puro y seco en 100 c. c. de agua destilada.

Métodos de análisis de los vinos destinados a la exportación

Como ya se indicó oportunamente, es desde luego de toda conveniencia que los análisis de vinos que deben hacerse persiguiendo el objetivo de averiguar si reúnen las condiciones necesarias para ser exportados a unos u otros países se verifiquen siguiendo, en lo posible, los métodos de análisis oficiales en el país correspondiente, debiendo tenerse en cuenta, además, para sentar las conclusiones que de estos análisis deben deducirse, las condiciones que a los vinos imponga la legislación vigente en cada nación importadora.

Para facilitar desde este punto de vista la tarea de los laboratorios, se incluye a continuación la bibliografía actual correspondiente a los métodos de análisis seguidos oficialmente en algunos países; pero será conveniente procurar ir conociendo las modificaciones que en dichos métodos puedan implantarse sucesivamente por los países respectivos.

Métodos oficiales alemanes. — B. Kulisch. *Analyse chimique des vins*. Edición francesa, traducida por M. Chenu y Pellet, París, 1910. Librairie Scientifique A. Hermann et Fils.

Métodos oficiales suizos.—*Manuel suisse des denrées alimentaires*. Première partie: Lait et Vin, por la Sociedad suiza de Químicos Analíticos. Tercera edición. Berna, 1912. Neukomm & Zimmermann. Imprimeurs Editeurs.

Métodos oficiales franceses.—*Méthodes officielles pour l'analyse des denrées alimentaires*. Publicados en folleto especial por los *Annales des Falsifications*. París, 1909. Rue Madame, 56. Estos métodos también están incluidos en la obra de B. Kulisch, antes citada.

Métodos oficiales argentinos.—Centro de Información Comercial del Ministerio de Estado: *Instrucciones para los análisis en las oficinas químicas nacionales de la República Argentina* (Decreto de 19 de agosto de 1910). Madrid, 1911. Imprenta de G. López.

Métodos oficiales italianos.—Ministero di Agricoltura, Industria e Comercio. Direzione generale dell'Agricoltura. *Annali di Agricoltura*, 1905. *Metodi ufficiale por le analise dell'uve, dei mosti o dei vini*, Roma, 1905. Tipografia nazionale di G. Bisiero o C. Vie Umbrie.