V. Villavecchia

QUÍMICA ANALÍTICA APLICADA

II

5827

D-34.480

QUÍMICA ANALÍTICA APLICADA

II

BIBLIOTECA PÚBLICA PROVINCIAL

PROF. VÍCTOR VILLAVECCHIA
DIRECTOR DE LOS LABORATORIOS QUÍMICOS DE LAS ADUANAS DE ITALIA

TRATADO
DE
QUÍMICA ANALÍTICA
APLICADA

MÉTODOS Y NORMAS
PARA EL EXAMEN QUÍMICO DE LOS PRINCIPALES PRODUCTOS
INDUSTRIALES Y ALIMENTICIOS

CON LA COLABORACIÓN DE LOS DOCTORES
G. FABRIS - A. BIANCHI - G. ARMANI - G. ROSSI - G. SILVESTRI
G. BOSCO - R. BELASIO - F. BARBONI - A. CAPPELLI

TOMO I

Aguas. — Productos químicos. — Abonos. — Cales y cementos. — Metales y aleaciones. — Combustibles. — Alquitrán de hulla y sus productos. — Aceites minerales y derivados. — Substancias grasas y sus productos.

TOMO II

Carnes. — Leche y sus derivados. — Harina, almidón y sus productos. — Azúcares y materias sacarinas. — Cerveza. — Vinos. — Alcoholes y licores. — Aceites esenciales. — Trementina y sus productos. — Barnices. — Caucho y Gutapercha. — Productos tánicos. — Tintas. — Cuero. — Substancias colorantes. — Fibras textiles, hilados y tejidos.

BARCELONA
GUSTAVO GILI, EDITOR, ENRIQUE GRANADOS, 45
MCMXXXV

PROF. VÍCTOR VILLAVECCHIA

02.1873

TRATADO

DE

QUÍMICA ANALÍTICA

APLICADA

JUNTA DE INTERCAMBIO DE LIBROS Y REVISTAS PARA BIBLIOTECAS

VERSIÓN DEL

DR. JOSÉ ESTALELLA

CATEDRÁTICO DEL INSTITUTO DE GERONA

BIBLIOTECA PU... BUR...

BIBLIOTECA PUBLICA PROVINCIAL BURGOS

TOMO II

SEGUNDA TIRADA

SUMARIO:

CARNES.—LECHE Y SUS DERIVADOS.—HARINA, ALMIDÓN Y SUS PRODUCTOS.—AZÚCARES Y MATERIAS SACARINAS.—CERVEZA.—VINOS —ALCOHOLES Y LICORES —ACEITES ESENCIALES.—TREMENTINA Y SUS PRODUCTOS.—BARNICES.—CAUCHO Y GUTAPERCHA.—PRODUCTOS TÁNICOS.—TINTAS.—CUERO.—SUBSTANCIAS COLORANTES.—FIBRAS TEXTILES, HILADOS Y TEJIDOS.

B.P. BURGOS
N.R.
N.T. 16459
C.I.
22797
1

BARCELONA

GUSTAVO GILI, EDITOR, ENRIQUE GRANADOS, 45

MCMXXXV

ES PROPIEDAD

Impresión «Manul».—Talleres Offset.—San Sebastián

CAPÍTULO PRIMERO

CARNE Y SUS PREPARADOS

CARNE

En el sentido más comúnmente usado, llámanse carnes las porciones de animales sacrificados constituídas preponderantemente por tejido muscular junto con cantidades más o menos grandes de tendones, tejido adiposo, huesos, etc.

El examen de la carne corresponde en primer lugar al veterinario, que debe dictaminar, desde el punto de vista higiénico, si la carne será buena para el consumo y que no proviene de animales enfermos. Al químico analista está generalmente reservado el trabajo de establecer el valor nutritivo de la carne, mediante la determinación de sus principales componentes, de revelar la presencia de substancias adicionadas para la conservación y las substancias colorantes. Los reconocimientos y determinaciones químicas más usuales que se verifican sobre las carnes son las siguientes:

Preparación de la muestra.—Para el análisis se necesitan unos 500 gr de carne tomada de diversas regiones del animal sacrificado: elígense en general 3 a 5 porciones entre las más carnosas. Los diversos trozos de carne, purgados, si es preciso, de los huesos, se cortan primero con un cuchillo ordinario hasta reducirlos a fragmentos de pocos gramos, y luego, mediante un buen trinchante, se reducen estos fragmentos a una masa fina, papillosa, que se revuelve bien con objeto de formar una muestra perfectamente homogénea.

1. Caracteres externos y organolépticos.—Obsérvese: el color (si es rojo claro o rojo pardo), la consistencia (si es compacta y elástica o no lo es), el olor (si es normal, característico, no desagradable, o bien si hay indicio de putrefacción). Obsérvese también el olor, y si se cree interesante el sabor del caldo obtenido hirviendo la carne, con agua, en un recipiente cerrado (el olor se percibe en el momento en que el líquido comienza a hervir). Obsérvese si la reacción es anfótera, o ácida, o alcalina (esta última es indicio de putrefacción).

BIBLIOTECA PÚBLICA PROVINCIAL BURGOS

2. Determinación del agua.—En una cápsula plana de porcelana se pesan unos 10 gr de la muestra ya preparada; los fragmentos se extienden en toda la superficie de la cápsula y ésta se pone en la estufa de agua. A las cuatro horas de permanencia en ella, se pasa la cápsula a otra estufa de aire calentada a 105°. A las dos horas se lleva a cabo la primera pesada, se vuelve la cápsula a la estufa y al cabo de una hora se pesa otra vez. Generalmente transcurrido este tiempo la cápsula no varía sensiblemente de peso.

También se puede calcular la humedad de las carnes por vía indirecta, restando de 100 la suma de los tantos por ciento de grasa, de substancias albuminoides y de cenizas.

3. Determinación de la grasa.—Esta operación se puede realizar sobre el residuo seco precedentemente obtenido.

La masa carnosa seca se dispone con cuidado en un dedal de papel de filtro, que se introduce después en un aparato de vidrio de extracción. La cápsula de porcelana se lava cuidadosamente con éter sulfúrico anhidro o éter de petróleo, que se vierte en el matraz al que se aplicará el aparato de extracción. Caliéntase el matraz y se prosigue la extracción durante unas seis horas: al cabo de este tiempo las substancias grasas han sido enteramente extraídas por el disolvente. Destílase en baño de agua la mayor parte del líquido que queda, se vierte en una cápsula de vidrio y se evapora a calor suave.

El residuo, que representa la substancia grasa, se deseca por dos horas en estufa de agua, y después de enfriar se pesa.

4. Determinación de las substancias nitrogenadas.—Procédese por vía indirecta, determinando el nitrógeno por el método de Kjeldhal, del modo siguiente:

Pésanse unos 0,7-0,9 gr de carne desecada y desengrasada, o sólo desecada, y en los matracitos ordinarios de fondo redondo se procede al ataque con 10 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado cuidando de agregar unos 0,5 gr de óxido de cobre. Caliéntase primero ligeramente, hiérvese hasta el ataque completo de la substancia, es decir por unas dos horas. Después se deja caer en el matracito, caliente todavía, una lluvia finísima de permanganato potásico hasta que el líquido tome un color verde obscuro. Enfríase, dilúyese con agua, viértese el líquido y las aguas de loción en el matracito de destilación, en el que se agregan 40 cm^3 de sosa cáustica al 50 por 100.

Procédese luego del modo habitual (V. Cap. Abonos, Tomo I, pág. 166), es decir, destilando unos 100 cm^3 del líquido, recogiendo el destilado en 15 cm^3 de ácido sulfúrico seminormal y valorando por fin el exceso de ácido sulfúrico con álcali seminormal en presencia de anaranjado de metilo. 1 cm^3 de ácido sulfúrico seminormal = 0,00702 gr de nitrógeno. Para obtener el tanto por ciento de las substancias nitrogenadas se multiplica la cantidad de nitrógeno por 6,25.

Este último cálculo no es rigurosamente exacto, por basarse en la suposición de que las substancias nitrogenadas de origen animal contienen todas 16 por 100 de nitrógeno. Pero en general los resultados son bastante satisfactorios y muy próximos a los tantos por ciento de substancias nitrogenadas calculadas por diferencia (restando de 100 la suma de la humedad, la grasa y las cenizas).

5. Determinación de las cenizas.—En una cápsula de platino algo grande se pesan unos 10 gr de carne, y se carbonizan cuidadosamente, con gradual caldeo al mechero, triturando un par de veces la masa carbonosa con una pequeña mano de mortero bien limpia. Una vez la carne enteramente carbonizada, se trata el carbón varias veces, en la misma cápsula, con pequeñas cantidades de agua caliente, que se vierten luego en un pequeño filtro. Lo que queda en el filtro se lava bien con un poco de agua; y el filtro y su contenido repuestos en la cápsula de platino, y después de desecados, se calcinan fuertemente hasta incineración completa. A las cenizas así obtenidas se agrega el líquido procedente de la lixiviación del carbón, se evapora al baño maría, se calcina ligeramente y una vez frío se pesa.

El *análisis cualitativo* de las cenizas se lleva a cabo por los métodos usuales.

Cuando convenga una *determinación cuantitativa del ácido fosfórico y del cloro* se prepara una nueva cantidad de cenizas obteniéndola de la muestra en examen, previa adición de una substancia básica, como lechada de cal, carbonato sódico, etc. El ácido fosfórico y el cloro se determinan en la solución nítrica de las cenizas: el primero por el método ordinario al molibdato amónico, el segundo por vía volumétrica o por pesada al estado de cloruro de plata.

6. Investigación y determinación de las substancias conservatrices.—Los antisépticos que más comúnmente se investigan en la carne son el formaldehido, el ácido fórmico, el ácido bórico, el flúor. Así para éstos como para otros antisépticos que pudiere desearse investigar, se siguen los métodos analíticos expuestos más adelante (V. art. Embutidos).

7. Investigación de las materias colorantes.—En un vaso se tratan 50 gr de carne con una solución de salicilato sódico en agua y glicerina (5 gr de sal en 100 cm^3 de agua y glicerina en partes iguales); se agita bien y se tiene el vaso en baño maría por media hora. Después de enfriar se filtra a través de una tela y se exprime; fíltrase por papel hasta que el líquido quede límpido.

Si el filtrado es de color amarillento y no rojizo indica la ausencia de substancias colorantes.

En cambio si el filtrado es rojizo, se toma aproximadamente un tercio, se vierte en una probeta, se agregan algunas gotas de una

solución de alumbre y amoníaco en ligero exceso; si al cabo de algunas horas de reposo se halla el precipitado teñido de rojo, se deduce la presencia del carmín.

A la porción restante del líquido en examen se agregan 10 cm^3 de una solución de 10 por 100 de bisulfato potásico y algunas gotas de ácido acético; sumérgense en ella algunas hebras de lana bien desengrasada y se calienta mucho tiempo al baño maría hirviente. En presencia de colores de alquitrán la lana se tiñe de rojo, y este color resiste al lavado con agua.

* * *

La *carne*, en el sentido ya definido, tiene composición variabilísima, no sólo dependiente del individuo de que proviene, sino de la raza, de la edad, etc., del animal sacrificado, de la región de que la carne se ha tomado y del procedimiento empleado para la matanza. Las *substancias nitrogenadas totales* oscilan generalmente alrededor de 20 por 100, y la *grasa* y el *agua* varían proporcionalmente, aumentando el agua cuando la grasa disminuye. Así, por ejemplo, una carne grasa de buey con 32,50 por 100 de agua, puede contener 55,1 por 100 de grasa; una carne magra con 74,20 por 100 de agua puede contener solo 3,45 por 100 de grasa.

Las cenizas llegan casi a 2 por 100; contienen en preponderancia fosfato potásico; entran en menor proporción los fosfatos de calcio y de magnesio y el cloruro de sodio.

La *congelación* no modifica sensiblemente la composición de la carne; le hace perder un poco de agua (poco más de 1 por 100), pero las substancias nitrogenadas y la grasa no experimentan cambios.

EMBUTIDOS

El análisis químico de los embutidos tiene el mismo objeto que el de las carnes frescas, y por lo tanto se procede del modo expuesto a propósito de las carnes, ya por lo que respecta a la preparación de la muestra, ya a las investigaciones y determinaciones de los principales componentes (grasas, substancias nitrogenadas, cenizas). Para el descubrimiento de algunas falsificaciones particulares se siguen los métodos siguientes:

1. **Caracteres externos y organolépticos.**—Obsérvese si los embutidos tienen aspecto, olor, sabor no diferentes de los de las carnes frescas que han servido para su preparación; si las porciones musculares de que están compuestos han conservado su color rojo más o menos subido; si la grasa es blanca y de olor agradable, si la masa es compacta, sin huecos y si no está demasiado húmeda.

Obsérvese si la superficie tiene mohos que la cubran total o parcialmente. En estos casos se advierte a menudo en el interior, en algunos puntos, la presencia de una masa reblandecida, de sabor rancio, amargo, de olor desagradable, que en la sección presenta las partes carnosas de un color gris o verdoso, y la grasa amarillenta

o verdosa. Esto denota una putrefacción bastante adelantada, pero con frecuencia los indicios de la putrefacción, cuando ésta va iniciándose, son menos aparentes o no lo son nada, y en tales casos las alteraciones sólo pueden ser reveladas por investigaciones bacteriológicas.

2. Determinación del agua.—Se procede del modo descrito en Carnes n. 2.

Los embutidos resultan con relativa frecuencia bastante ricos en agua, que se agrega en fraude, hasta a veces unida a engrudo de almidón, por lo cual tiene esta determinación especial importancia.

3. Determinación de la acidez de la grasa (1).—5 a 8 gr de la masa finamente desmenuzada se mezclan con arena bien lavada y se tratan con éter sulfúrico. La solución etérea de la grasa se filtra y se diluye hasta 50 cm³; evapóranse 5 cm³ en cápsula de vidrio tarado, el residuo se tiene durante tres cuartos de hora en estufa de agua y después se pesa. Los restantes 45 cm³ de solución etérea se adicionan con 45 cm³ de alcohol de 45°, y entonces se valora su acidez con sosa cáustica $\frac{N}{10}$ usando fenolftaleína con indicador. Si se indica con *a* el peso del residuo de la evaporación de los 5 cm³ de solución etérea y con *b* el número de centímetros cúbicos de álcali consumidos en la valoración, el grado de acidez de la grasa expresado en álcali normal vendrá dado por la fórmula:

$$A = \frac{10\ b}{9\ a}$$

4. Investigación de la albúmina (caseína, albúmina de huevo). Las albúminas pueden haberse agregado con objeto de que resulte más denso y compacto el amasijo. Revélanse por los siguientes ensayos:

a) La *caseína* se revela según Feder (2) por mayor proporción de cal en las cenizas, ya que la carne desengrasada contiene sólo 0,06 a 0,13 por 100 de óxido de calcio y la caseína contiene aproximadamente 2 por 100. Por esto se procede a una determinación de la cal sobre 10 gr de muestra cuidadosamente desengrasada; incinérase el residuo y las cenizas obtenidas se disuelven en ácido clorhídrico diluído; a la solución ácida se agrega cloruro férrico y acetato sódico para eliminar el ácido fosfórico, se calienta hasta que el precipitado se ha depositado del todo, se hierve y se filtra. En el filtrado se determina la cal con oxalato amónico, según las normas usuales.

---

(1) Schweiz: *Wochenschrift f. Chem. u. Pharm.* 48, 1910, pág. 481.
(2) *Zeitschr. Unt. Nahr. Genussmittel*, XVII, 1909. pág. 191.

b) La *albúmina* puede ser revelada por la fuerte alcalinidad de las cenizas, ya que las albúminas comerciales contienen a menudo álcalis. De suerte que mientras la alcalinidad de 100 gr de carne de cerdo es de 8,1 cm^3 de ácido normal, la adición de 1 por 100 de albúmina comercial la eleva a 20 cm^3.

5. Reconocimiento y determinación del almidón.—a) *Reconocimiento cualitativo.*—En la superficie de la muestra recién cortada se vierten algunas gotas de solución yódica y se observa si aparece la conocida coloración azul. Si este ensayo da un resultado dudoso, se toma cierta cantidad de substancia, desecada y desengrasada, se deslíe bien en agua, se deja posar algo, y se examina al microscopio una gota del líquido turbio. Después de esta primera observación se agrega un poco de solución yódica y se examina nuevamente al microscopio para comprobar si aparecen gránulos de almidón teñidos.

b) *Determinación cuantitativa* (1).—10 ó 20 gr de muestra, según la mayor o menor intensidad de la reacción yódica, se tratan en un vaso con 50 cm^3 de una solución alcohólica de potasa cáustica al 8 por 100 y se calienta al baño maría hirviente cuidando de cubrir el vaso con un vidrio de reloj y agitar a menudo. En cuanto la masa queda disuelta se diluye con dos o tres volúmenes de alcohol de 50° caliente; déjase algo en reposo y se filtra a través de un crisol de Gooch provisto de amianto.

El contenido del crisol se lava un par de veces en caliente con potasa alcohólica al 8 por 100 y después con alcohol de 50° hasta que el filtrado deja de presentar reacción alcalina y se mantiene claro por adición de ácido acético; viértese el precipitado así lavado en el vaso usado para disolver la masa, se añaden 60 cm^3 de solución acuosa de potasa al 6 por 100 aproximadamente, y se calienta por media hora al baño maría agitando con frecuencia. Una vez frío se diluye el líquido hasta un volumen de 200 cm^3, se deja posar enteramente, y se toman de él 50 cm^3 para pasarlos a otro vaso. Acidifícanse con ácido acético, y se agrega un volumen igual de alcohol de 96°, con lo que precipita todo el almidón. Recógese el precipitado en un crisol de Gooch tarado, lávase cuidadosamente con alcohol de 50°, luego con alcohol absoluto y por fin con éter.

El crisol se deseca primero a 40°, después a 100° hasta constancia de peso; luego se calcina y una vez frío se vuelve a pesar. La diferencia entre las dos pesadas da el almidón exento de cenizas y de agua. Para expresar en fécula (que ordinariamente es la adicionada) el valor hallado se divide por 0,8; para expresarlo en harina de cereales se divide por 0,67.

Con este método se precipitan junto con el almidón las pequeñas cantidades de glicógeno que pueden hallarse en los embutidos; ordinariamente

(1) Mayrhofer, *Forschungsber.*, III, 1896, págs. 141 y 429.

esto no influye de modo sensible en los resultados, pero si fuere necesaria la separación del almidón del glicógeno, especialmente en presencia de carne de caballo, se seguirá el método de Mayrhofer modificado (V. más adelante).

Hay que advertir además que una parte del almidón hallado puede ser debida a las drogas empleadas en la preparación de los productos; en tal caso, para calcular la cantidad de almidón adicionado, se resta 0,5 por 100 de la cantidad hallada.

6. Rebusca de la carne de caballo.—Los métodos químicos para descubrir la carne de caballo se fundan en el reconocimiento y determinación del glicógeno y en el examen de la grasa

A) Reconocimiento y determinación del glicógeno.—Se lleva a cabo del siguiente modo:

1. *Reconocimiento cualitativo.*—Hay que distinguir dos casos según se haya o no comprobado la presencia de almidón.

a) En *ausencia de almidón*: tómanse unos 50 gr de la muestra y se hacen hervir prolongadamente con 200 cm^3 de agua. Una vez frío se decanta, se trata con ácido nítrico diluído para precipitar las substancias albuminoides, y se filtra. Viértese en un tubo de ensayo un poco del líquido filtrado y se agregan algunas gotas de una solución diluidísima de yodo en yoduro de potasio; en presencia del glicógeno el líquido toma un color rojo vivo, que desaparece a 80-90° y aparece de nuevo por enfriamiento.

Para la apreciación de los resultados no hay que tener en cuenta las coloraciones débiles y fugaces, porque además de la de caballo hay otras carnes que pueden contener pequeñas cantidades de glicógeno. La coloración debe ser neta y bien definida; obtiénese así con la carne fresca de caballo como con los embutidos que la contienen si están recién preparados; con el tiempo el glicógeno va desapareciendo lentamente, y la reacción va resultando cada vez menos sensible.

Hay que observar que esta coloración no es característica del glicógeno, pues también la dan algunas dextrinas que se comportan como el glicógeno hasta por calentamiento.

b) En *presencia de almidón* el reconocimiento del glicógeno se puede llevar a cabo del siguiente modo:

Trátase una porción de la muestra con potasa alcohólica al 8 por 100 y se calienta al baño maría hasta disolución de la masa carnosa. Fíltrase a la trompa, lávase con alcohol de 95° y frío, y se hierve lo que queda en el filtro con alcohol de 96°, que disuelve en parte el glicógeno y no disuelve el almidón. Fíltrase; el filtrado se evapora al baño maría, se trata con un poco de agua el residuo y se ensaya la reacción del glicógeno con el yodo en la forma descrita.

El reconocimiento del glicógeno en presencia de almidón resulta bastante difícil, y aun por el método expuesto se obtienen las más veces resultados inciertos. En algunos casos, para revelar la existencia de carne de caballo, es útil recurrir a investigaciones biológicas mejor que a las químicas.

2. *Determinación cuantitativa*.— Se procede del siguiente modo (1): 50 gr de muestra, purgada de la grasa que pudiere llevar adherida, se tratan en un vaso con 150 cm³ de potasa alcohólica (80 gr de hidrato potásico en un litro de alcohol de 90°) y se calientan al baño maría, agitando a menudo y teniendo cubierto el vaso con un vidrio de reloj, hasta haberse disuelto la masa carnosa.

Al líquido caliente todavía se agregan 100 cm³ de alcohol de 50° y después de enfriar se separa por filtración el precipitado de glicógeno impuro; el precipitado se lava con 30 cm³ de potasa alcohólica caliente, y luego con alcohol de 90° frío, hasta que el filtrado deja de enturbiarse por adición de algunas gotas de ácido clorhídrico diluído; luego se trata en un matracito de 110 cm³ con 50 cm³ de potasa normal y se calienta por media hora al baño maría para disolver el glicógeno. Después de enfriar se acidifica con ácido acético concentrado, se diluye con agua hasta 110 cm³ y se filtra.

A 100 cm³ del filtrado se agregan 150 cm³ de alcohol absoluto y al cabo de 12 horas se recoge el precipitado, constituído por glicógeno puro, en un filtro tarado; lávase primero con alcohol de unos 70° y luego con alcohol absoluto y finalmente con éter; sécase primero a 40°, y luego a 100° hasta constancia de peso. Multiplicando por 2,2 el valor hallado, resulta el tanto por ciento de glicógeno.

El glicógeno obtenido debe presentarse en forma de polvo blanco, amorfo; su solución acuosa ha de tener una intensa opalescencia blanca, no ha de reducir el licor de Fehling y con yodo ha de teñirse en rojo intenso.

El método sólo da resultados atendibles en ausencia de almidón.

B) EXAMEN DE LA GRASA.—La grasa de caballo distínguese de la de otros animales por el índice de refracción y por el número de yodo.

1. *Índice de refracción*.—De 50 gr de muestra se separa la grasa ya por simple fusión a 100°, ya hirviendo con agua y separando la capa de grasa. Esta se examina al butirorrefractómetro de Zeiss a la temperatura de 40° (V. art. Manteca en el Cap. II). Si el índice excede de 51,5 es probable la presencia de carne de caballo.

2. *Número de yodo*. — Extráese la grasa como en el caso precedente y se determina por el método común el número de yodo (V. Cap. Substancias grasas en el tomo I). Si el número de yodo pasa de 70° se inferirá la existencia de carne de caballo.

La comprobación de la existencia de la carne de caballo por vía química, basada en la investigación y determinación del glicógeno, en el índice de refracción y el número de yodo de la grasa, no puede tenerse de un

(1) MAYRHOFER-POLENSKE: *Zeitschr. Unt. Nahr. und Genussmittel*, 4, 1901, página 1101; 13, 1907, pág. 355.

modo seguro: la presencia de glicógeno y las constantes de las grasas pueden dar útiles indicios, pero la prueba definitiva sólo puede lograrse recurriendo a los métodos biológicos (1). En el caso del análisis de los embutidos el reconocimiento de la carne de caballo ofrece aún más dificultades que para la carne fresca, por tratarse las más de las veces de mezclas de carnes diversas.

7. Reconocimiento y determinación de las materias conservatrices.

a) CLORURO DE SODIO.—2 gramos de muestra finamente trinchada mézclanse íntimamente con arena silícea bien lavada y algunos centímetros cúbicos de agua en una cápsula de porcelana, hasta obtener una papilla homogénea. Viértese todo en un matraz, agrégase un poco de agua, y se hierve por algunos minutos para coagular las substancias albuminoideas hasta que el líquido se ha vuelto casi incoloro. Déjase enfriar, pásase todo a un matracito de 100 cm^3, se lava el matraz con pequeñas cantidades de agua, vertiendo las aguas de loción en el matracito y se completa el volumen. Fíltrase y sobre porciones del filtrado de 25 cm^3 cada una, se determina el cloro por el método de Volhard, procediendo como habitualmente (V. tomo I, Aguas potables, pág. 13).

b) NITRATO DE POTASIO.—Para la *investigación cualitativa* se toman unos 20 gr. de la masa carnosa desecada y se tratan con éter ordinario o éter de petróleo para extraer la grasa. La carne desengrasada se trata luego con 20-30 cm^3 de agua bien caliente, se agita vivamente y se filtra. En una capsulita de porcelana se ponen uno o dos cristales de brucina y un poco de ácido sulfúrico concentrado purísimo; se agrega poco a poco una porción de la solución en examen y si se obtiene una coloración roja evidente, se deduce la existencia de nitratos.

Para la *determinación cuantitativa* (2) se procede por vía colorimétrica del siguiente modo:

Reactivos.—a) 0,25 gr de brucina cristalizada se disuelven en ácido sulfúrico concentrado exento de ácido nítrico se procede a la disolución en una probeta graduada de 100 cm^3, en la que se vierte luego ácido sulfúrico hasta enrase. Esta solución debe usarse recién preparada.

b) En un poco de agua se disuelven 0,10 gr de nitrato potásico purísimo y la solución se diluye hasta 1 litro.

c) Disuélvense 5 gr de cloruro mercúrico en 100 cm^3 de agua destilada y se agregan a la solución 100 cm^3 de ácido clorhídrico al 2 por 100.

---

(1) CELLI: *Man. dell Igienista*, tomo I, parte 1.ª, pág. 258.

(2) TILLMANNS y SPLITTGERBER: *Zeitschr. Unt. Nahr. und Genussmittel*, 23 1912, pág. 49.—NOLL: *Zeitschr. ang. Chem.* 14, 1901, pág. 1317.

Soluciones tipo.—Para la determinación se prepara una serie de soluciones tipo, que viene a constituir una escala cromática. Tómanse 5, 6, 7, 8, 9, 10 cm³ de la solución *b*, viértense en cápsulas de porcelana y se agregan respectivamente 5, 4, 3, 2, 1 cm³ de agua destilada (al último ensayo de la serie no se le agrega agua) y en seguida 20 cm³ de la solución *a*. Se agita por algunos instantes y luego se vierten las mezclas en sendas probetas de vidrio con tapón esmerilado; agréganse 70 cm³ de agua destilada y se agita. Esta escala cromática debe prepararse en lo posible en el momento de proceder al ensayo para la confrontación.

Manera de proceder.—Pésanse 50 gr de la muestra y se hierven por media hora con 200 cm³ de agua. Después de enfriar, se filtra por decantación en un matraz de 500 cm³ y sobre el residuo se repite dos o tres veces el tratamiento precedente, empleando cada vez 100 cm³ de agua destilada y decantando los líquidos, y luego se llena el matraz hasta enrase con agua destilada.

Tómanse 50 cm³ del líquido turbio, al que se agregan 50 cm³ de la solución *c* y se filtra. 10 cm³ del líquido así obtenido se vierten en una cápsula y se agregan al instante 20 cm³ de la solución *a*; se agita, se vierte la mezcla en una probeta de las dimensiones de las empleadas para formar la escala cromática con las soluciones tipo, se agregan 70 cm³ de agua destilada y se agita nuevamente. La coloración obtenida se compara con las de las soluciones tipo, y así se establece fácilmente la cantidad de nitro contenida en el líquido y por lo tanto en la substancia en examen.

Si la coloración obtenida es más intensa que la del último ensayo de la escala cromática, se tendrá que el líquido en examen contiene más de 0,001 gr de nitrato por 10 cm³; en tal caso se diluye con agua destilada el líquido en ensayo para tenerlo en las condiciones requeridas.

El método es rápido y da resultados bastante exactos para la práctica.

c) Ácido bórico.—Para la *investigación cualitativa* del ácido bórico se toman 10 ó 20 gr de la muestra, se incineran del modo ordinario, previa adición de algunos centímetros cúbicos de una solución de carbonato sódico al 20 por 100. Las cenizas, exentas de carbón, se tratan con 5 cm³ de ácido clorhídrico diluído al 10 por 100; la solución se pasa a un tubo de ensayo, y la cápsula se lava con 15 cm³ de alcohol de 95°, vertiendo en el tubo el líquido de loción. Agréganse 15 cm³ de ácido clorhídrico concentrado (D = 1,19) y en la mezcla bien enfriada se vierten 0,2 cm³ de una solución de curcumina al 0,1 por 100 (1). Agítase, déjase en reposo durante media hora en la

(1) La curcumina se puede preparar del siguiente modo: 30 gr de cúrcuma (Curcuma longa) en polvo se desecan a 100° y se tratan por cuatro horas, en aparato de extracción, con éter de petróleo. El polvo desecado y desengrasado se

obscuridad, y se observa después la coloración del líquido. Si existe ácido bórico esa coloración estará comprendida entre el pardo débil (vestigios mínimos de ácido) y el rosado y hasta el rojo: si no hay ácido bórico, el líquido quedará teñido de amarillo.

La *determinación cuantitativa* se hace colorimétricamente, procediendo del mismo modo antes descrito para el ensayo cualitativo, pero partiendo de una cantidad pesada de muestra. La coloración del líquido por la adición de curcumina se coteja (de manera semejante a la determinación del nitrato de potasa) con una escala cromática preparada verificando en diversos tubos de ensayo numerados, la misma reacción en las mismas precisas condiciones de ácido, de alcohol y de solución de curcumina, sobre soluciones adrede preparadas y que contienen cantidades determinadas de ácido bórico (0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; etc. por 100).

Este método es rápido y bastanto exacto. En el caso de producto que contenga fuertes cantidades de sal, ésta se deposita en el fondo del tubo de ensayo al tratar con alcohol y ácido clorhídrico, pero no tiene influencia sobre la intensidad de las coloraciones.

d) FORMALDEHIDO.—Puede revelarse cualitativamente con uno de los dos ensayos siguientes:

1) En un matraz se agitan vivamente 5 gr de muestra con 10 cm³ de agua caliente; fíltrase a través de tela, exprimiendo bien el residuo. En 5 cm³ del líquido filtrado se disuelve un gránulo de clorhidrato de fenilhidracina; a la solución obtenida se agregan 3 ó 4 gotas de una solución al 5 por 100 de nitroprusiato sódico y al fin una decena de gotas de solución de sosa cáustica al 10 por 100. En presencia de aldehido fórmico se observa en seguida una hermosa coloración azul más o menos intensa, que se mantiene inalterada por largo tiempo (*Reacción de Rimini*) (1).

2) Mézclanse 50 gr de muestra con un peso igual de una solución de ácido fosfórico al 20 por 100; destílase hasta recoger unos 30 cm³ de destilado, al cual se adicionan unos 0,1 gr de peptona (2); en 10 cm³ de la solución se vierte una gota de cloruro férrico al 5 por 100, y luego se agregan con cuidado 10 cm³ de ácido sulfúrico concentrado. En presencia de aldehido fórmico se observa un anillo violeta obscuro; agitando, el líquido se tiñe de violeta si el aldehido

---

extrae, en el mismo aparato, con 100 cm³ de benzol durante 8-10 horas. Dejando enfriar el líquido benzólico de extracción así obtenido, se deposita lentamente la curcumina en forma de tenue polvo cristalino de color amarillento.

Para preparar las soluciones para los ensayos o los papeles de curcumina se disuelven 0,10 gr de curcumina en 100 cm³ de alcohol de 90°.

(1) *Ann. di farmacoterapia e chimica*, 1898, n. 3.

(2) Puede usarse también la leche fresca, bien exenta de aldehido fórmico; en este caso se adicionan al destilado 30 cm³ de leche y luego se procede como se dice a continuación.

fórmico existe en cierta cantidad, y en cambio se tiñe de violeta con tendencia al rojo si el formaldehido se halla en cantidad pequeñísima.

e) ANHÍDRIDO SULFUROSO Y DERIVADOS.—Si el anhídrido sulfuroso está en cantidad notable, basta el olfato para revelar su presencia. En cambio, cuando la cantidad es tan pequeña que no deja sentir el olor y en cualquier otro caso de *investigación cualitativa*, se procede del siguiente modo:

Unos 50 gr de la muestra se mezclan íntimamente en un matraz con 10 cm^3 de ácido fosfórico al 25 por 100. Tápase el matraz con tapón de corcho, sosteniendo entre él y el cuello del matraz una tira de papel almidoyodurado humedecido en el extremo vuelto hacia la masa carnosa, de la cual debe distar aproximadamente 1 cm. Si al cabo de algunos minutos no se observa coloración alguna sobre el papel, se calienta el matraz al baño maría hasta la temperatura del baño, y luego se deja enfriar espontáneamente. La aparición, en el transcurso de media hora, de una coloración azul sobre el papel indicará la presencia de anhídrido sulfuroso, sulfitos o bisulfitos.

Cuando el ensayo cualitativo resulte positivo y se requiera una determinación cuantitativa, se procederá como sigue:

Pésanse en un matracito 50 gr de carne, se deslíen con 100 cm^3 de agua hervida y se adicionan 20 cm^3 de ácido fosfórico al 25 por 100. Ciérrase el matraz con tapón de dos orificios, por uno de los cuales pasa un tubo de vidrio que penetra en el líquido y sirve para conducir una corriente de anhídrido carbónico, y por el otro un tubo enlazado a un refrigerante, que penetra a su vez en 100 cm^3 de solución de yodo en yoduro de potasio (1). Destílase aproximadamente la mitad del líquido contenido en el matracito, y en el destilado, acidulado con ácido clorhídrico, se precipita el ácido sulfúrico con cloruro de bario, procediendo luego del modo ordinario: 1 gr de $BaSO_4$ = = 0,2748 gr de SO_2.

f) FLUORUROS.—En una cápsula de platino se pesan 25 gr de muestra, agrégase cierta cantidad de lechada de cal, se deseca al baño maría, se incinera, y se pasan las cenizas a un crisolito de platino. Humedécense las cenizas con algunas gota de agua y se agrega 1 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado; cúbrese el crisol con un vidrio de reloj inferiormente embadurnado de cera, con trazos, y se calienta sobre cartón de amianto, observando al fin si el vidrio ha quedado atacado en los puntos al descubierto.

g) ACIDO SALICÍLICO.—Trátanse 10 gr de carne con 20 cm^3 de alcohol agitando bien; al cabo de algunos minutos se filtra y se agregan al filtrado algunas gotas de una solución diluída de cloruro

(1) La solución se prepara disolviendo 5 gr de yodo puro y 7,5 gr de yoduro de potasio en 1 litro de agua.

férrico; si el líquido se tiñe en rojo violeta, existe ácido salicílico o alguno de sus derivados.

En caso de obtenerse un resultado algo dudoso, lo cual puede suceder estando el ácido salicílico en pequeñísima cantidad, se repite la investigación del modo siguiente (1):

Pésanse en un vaso unos 50 gr de carne y se les agrega solución de carbonato sódico al 2 por 100 en cantidad suficiente para obtener una papilla homogénea. Déjase reposar un poco y luego se mantiene por media hora el vaso, cubierto con un vidrio de reloj, en baño maría hirviente, cuidando de agitar frecuentemente. Fíltrase la masa aun caliente a través de un retazo de tela, exprimiendo bien el residuo; al líquido filtrado se agregan 5 gr de cloruro de sodio y una vez acidificado con ácido sulfúrico diluído, se calienta hasta ebullición incipiente. Una vez frío se filtra; se vierte el filtrado en un separador, se agrega un volumen igual de una mezcla en partes iguales de éter y de éter de petróleo y se agita vivamente. Sepárase el líquido acuoso, lávase dos o tres veces la solución etérea con 5 cm^3 de agua y se filtra por filtro seco recogiendo el filtrado en una cápsula de porcelana. Agrégase 1 cm^3 de agua y se evapora la solución etérea a suave calor. Al residuo se adicionan algunas gotas de solución de cloruro de hierro al 0,05 por 100 recién preparada. En presencia de ácido salicílico se forma la coloración violeta característica.

h) Acido benzoico (2).—Trátanse en un vaso 50 gr de carne con 100 cm^3 de alcohol al 90 por 100; se agita vivamente, se acidula con ácido sulfúrico y se abandona por media hora; después se filtra a través de tela exprimiendo bien el residuo. El líquido alcalinizado con potasa, se calienta al baño maría hasta eliminación del alcohol, se agregan 5 gr de cloruro sódico, se acidifica con ácido sulfúrico diluído y se calienta hasta ebullición incipiente. Una vez frío se filtra, se agita con éter el filtrado, se lava con agua la solución etérea, y se evapora el éter a suave calor. Sobre el residuo se ensayan las siguientes reacciones del ácido benzoico:

1. Una parte del residuo obtenido se disuelve en un poco de agua, se agrega una gota de solución de cloruro férrico al 2,50 por 100 y una gota de agua oxigenada al 3 por 100 diluída con 9 volúmenes de agua, y se calienta al baño maría. De existir ácido benzoico (al que la oxidación habrá convertido en ácido salicílico) aparecerá una coloración violeta.

2. Otra porción del residuo se disuelve en algunas gotas de sosa cáustica, se acidifica, se vierte el líquido en un vidrio de reloj,

---

(1) Beythien: *Handbuch der Nahrungsmittel Untersuchungen*, Vol. I, página 104.

(2) Fischer-Gruenert, *Zeitschr. Unt. Nahr. und Genussmittel*, 17, 1909, página 721.

TABLA I.

Ejemplos de composición de productos de salchichería italiana

N.º de orden	Denominación y procedencia	Agua	Nitrógeno	Grasa	Substancias nitrogenadas		Cenizas	Cloruro sódico	Observaciones
					por difer.	Nx6,25			
1	Salame Felino .	24,95	5,76	32,30	36,55	36,00	1,65	4,65	—
2	Lomo.	27,62	2,56	47,70	16,60	16,00	1,04	7,03	—
3	Jamón	28,10	2,75	46,30	17,30	17,18	1,85	6,85	—
4	Luganega de Monza. . . .	44,00	1,87	40,25	12,67	11,68	1,08	2,00	Salchicha para cocer.
5	Salamini Verzi (Milán). . . .	45,80	2,27	35,20	15,19	14,19	0,96	2,85	Se usan cocidos.
6	Luganeghini al ajo (Milán) . .	36,20	2,39	43,50	14,99	14,94	0,81	4,50	Contiene ajo, pimienta en abundancia.
7	Luganeghini al ajo (Milán) . .	41,50	2,49	35,35	17,45	15,60	0,90	4,80	
8	Mortadella de hígado (Milán) .	30,30	2,80	46,00	19,30	17,50	1,14	3,26	Se conserva poco.
9	Bresaola de Chiavenna	32,80	6,48	15,50	41,60	40,50	2,00	8,10	Es lomo de vaca.
10	Coppa de Ráve-na	21,80	3,82	50,00	21,06	20,68	1,04	6,10	—
11	Culatello de Parma	30,22	6,42	29,00	40,46	40,12	1,16	7,50	—
12	Zampone de Modena.	40,80	3,46	32,40	22,70	21,65	1,06	3,04	—
13	Salame fresco de Brianza . . .	25,80	4,17	40,70	26,84	26,06	1,30	5,36	—
14	Mortadella de Bolonia, 1.ª clase .	42,51	2,80	34,60	18,06	17,50	1,02	5,00	—
15	Mortadella de Bolonia, 2.ª clase .	37,44	3,39	35,00	22,54	21,18	0,94	4,67	—
16	Mortadella de Bolonia, 3.ª clase .	43,40	2,31	35,76	15,23	14,43	1,04	6,10	—
17	Capicollo de Nápoles	15,25	3,19	54,16	23,19	20,00	0,65	6,75	—
18	Salame de Nola .	28,41	3,40	38,45	21,64	21,25	1,21	10,29	—
19	Salsiccia seca Nápoles	13,42	3,66	47,98	24,27	22,87	1,45	7,10	—
20	Cirisi (Nápoles) .	16,50	5,36	37,00	34,79	33,50	1,21	10,50	—
21	Finocchiona (Florencia). . . .	27,10	3,17	44,90	20,56	19,81	1,07	6,37	—
22	Salame toscano (Lucca). . . .	18,34	4,11	47,80	25,94	25.60	1,21	6,71	—
23	Salame toscano (Pisa)	18,90	3,90	46,10	26,03	24,37	0,94	8,03	—
24	Salame de Génova	26,07	3,42	44,36	23,27	21,37	1,06	5,24	—
25	Cotechino (Ancona)	25,30	3,25	47,78	20,31	21,62	1,09	4,21	—
26	Lonza (Ancona).	21,50	3,38	47,50	21,12	21,98	1,02	8,00	—
27	Ciavuscoli (Ancona)	14,60	4,02	52,12	25,12	25,53	1,10	6,05	—
28	Salame de Alejandría. . . .	29,30	—	37,40	25,29	—	1,87	6,14	Barboni (de un trabajo inédito).
29	Salame de Alejandría. . . .	26,90	—	34,90	30,80	—	1,39	6,01	íd. íd.

se agrega un gránulo de amalgama de sodio, y se cubre con otro vidrio de reloj. Al cabo de algún tiempo, es decir, en cuanto se ha cumplido la reducción, se desarrolla distintamente el olor de aldehido benzoico aun en presencia de apenas 1 mg de ácido benzoico.

8. Investigación de las substancias colorantes.—Las substancias colorantes se agregan a veces para ocultar los defectos de alteración en los productos de salazón (carnes saladas, embutidos, etc.). Su investigación se lleva a cabo del modo ya señalado para las carnes (n. 7, pág. 3).

***

La composición de los embutidos varía bastante según los tipos y las procedencias. La de algunos tipos italianos se halla en la tabla I. Nunca en ellos se ha revelado la presencia de substancias adulterantes, como almidón, substancias colorantes, etc., y de antisépticos. El ácido bórico se halla solamente en algunos productos (0,014, 0,020, 0,018 por 100). A este respecto hay que tener presente que no es raro que el cloruro de sodio empleado para la salazón de los productos contenga naturalmente pequeñas cantidades de ácido bórico; experimentalmente se ha demostrado que la cantidad de ácido bórico contenida en los productos de salchichería y derivada de la sal empleada no excede de 0,02 por 100 (1).

EXTRACTOS DE CARNE

Los extractos de carne son los extractos acuosos, más o menos concentrados, de la carne muscular purgados de las substancias albuminoideas coagulables. Contienen, por lo tanto, en un volumen más o menos reducido, todos los principios solubles en el agua de la carne muscular y presentan el aspecto de una masa consistente, de color pardo-rojizo, de sabor algo acre y de olor especial, no desagradable (*Extractos tipo Liebig*).

Además del extracto de carne genuino se encuentran en el comercio extractos de carne mezclados con extractos vegetales (*Extractos mixtos*), o también extractos formados por fermentos y extractos vegetales varios, o por sólo extractos vegetales.

El análisis de los extractos de carne tiene los mismos fines que el análisis de la carne fresca y de los embutidos: con él se deben establecer la composición y el valor alimenticio de los extractos, además de descubrir las sofisticaciones y la presencia de antisépticos. En los extractos de carne tipo Liebig deben siempre determinarse el agua, las cenizas, el potasio, la grasa, el nitrógeno total, y rebuscar el nitro y los antisépticos. Además de estos reconocimientos, es útil con frecuencia determinar las diversas formas de combinación del nitrógeno, y especialmente la creatinina y el amoníaco

(1) Villavecchia-Barboni. Sulla composizione dei prodotti di salumería italiani, etc., *Ann. del Lab. chim. Centrale Gabelle*, Vol. VI, pág. 27.

(V. n. 7, 8, 9). En los extractos mixtos, además de las determinaciones del agua, cenizas, potasio, etc., débense siempre rebuscar la creatinina y los extractos de fermentos (V. n. 9 y 10).

1. Determinación del agua.—Los extractos se separan del recipiente y se revuelven íntimamente, especialmente si se hallan en estado líquido. Pésanse 2 ó 3 gr si se trata de extractos sólidos o siruposos, ó 10 gr si de extractos líquidos, en una cápsula de porcelana plana, espaciosa, previamente pesada junto con 40 gr de arena bien lavada y una varilla de vidrio. Mézclase la masa mediante la varilla, agregando un poco de agua si el extracto no es ya líquido, y se calienta al baño maría hirviente, continuando revolviendo de vez en cuando la masa, hasta que presente un aspecto homogéneo. Pónese entonces la cápsula en estufa de aire calentada a 100-105° y se mantiene en ella hasta constancia de peso. Las pesadas se deben efectuar lo más rápidamente posible.

2. Determinación de las cenizas. — En una cápsula de platino se pesan unos 10 gr de extracto (o mayor cantidad si se trata de un líquido) y se incineran con precaución del modo descrito para las carnes.

3. Análisis de las cenizas.—En las cenizas se determinan ordinariamente el ácido sulfúrico, el potasio (que se calcula como óxido), el ácido fosfórico y el cloro.

a) Determinación del ácido sulfúrico.—Pésanse aproximadamente 0,3 gr de las cenizas precedentemente obtenidas, y se tratan en un vaso con un poco de ácido clorhídrico concentrado, se calienta, se diluye con agua y se agrega cloruro de bario en ligero exceso. Se hace sedimentar el precipitado, se filtra, se lava; el filtrado y las aguas de loción se utilizan en la determinación subsiguiente *b*. El precipitado de sulfato de bario se pesa procediendo como de ordinario y de su cantidad se deduce la del ácido sulfúrico contenido en las cenizas.

b) Determinación del potasio.—El filtrado y las aguas de loción de la operación precedente, recogidos en una cápsula de porcelana, se evaporan al baño maría a sequedad. Trátase el residuo con agua; a la solución, vertida en un vaso, se agrega agua de barita y se hierve moderadamente por cierto tiempo. Fíltrase, y en el filtrado se vierte amoníaco en ligero exceso, carbonato amónico y una pequeña cantidad de oxalato amónico; fíltrase de nuevo, lávase con agua destilada, recógense los filtrados en una cápsula de porcelana y se evaporan hasta pequeño volumen. El líquido así concentrado se filtra si conviene, y se pasa a una cápsula de platino, lavando bien la de porcelana con pequeñas porciones de agua y vertiendo también las aguas de loción en la cápsula de platino. Luego se evapora a sequedad; el residuo se calcina cuidadosamente a la llama para eliminar las sales amoniacales. En este punto es recomen-

dable tratar el residuo con pequeñísima cantidad de ácido clorhídrico diluído, y repetir los tratamientos con barita y con las sales de amonio, pero usando los reactivos en cantidades bastante menores que la vez primera.

El residuo, enteramente exento de sales amoniacales, se puede pesar para tener la totalidad de los cloruros alcalinos. En la misma cápsula se vierte luego solución de cloruro platínico, evapórase hasta casi sequedad, agrégase alcohol de 90-96°, revuélvese cuidadosamente con una varilla de vidrio y por fin se recoge el cloroplatinato potásico en un filtro tarado; el filtrado ha de estar teñido de amarillo subido. Lávase bien con alcohol de 80-90°, desécase a 130° y pésase.

Multiplicando por 0,194 el valor hallado resulta la cantidad de potasio calculado como óxido, que se refiere a 100 de extracto.

Si se han pesado los cloruros alcalinos, restando del peso total el cloruro de potasio deducido del óxido, se tendrá también la cantidad de cloruro sódico.

c) Ácido fosfórico.—Para la determinación del ácido fosfórico y del cloro se prepara una nueva porción de cenizas, partiendo de 10 gr de extracto con adición de carbonato sódico. A las cenizas se agrega ácido nítrico en ligero exceso, se calienta y se evapora a sequedad; trátase el residuo con ácido nítrico diluído y con agua destilada se diluye la solución hasta un volumen determinado, por ejemplo 500 cm³.

Sobre una parte alícuota de este líquido (100 ó 150 cm³) se determina el ácido fosfórico por el método del molibdato-amónico y en forma de pirofosfato magnésico (tomo I, pág. 182).

d) Cloro.—Sobre otra parte alícuota de la misma solución obtenida en *c* se determina el cloro según el método por pesada.

4. Investigación del nitrato de potasio.—Unos 5 gr de extracto (15 gr si es líquido) se deslíen en 20 cm³ de agua destilada, se agregan 10 cm³ de ácido sulfúrico al 20 por 100, y luego se somete la mezcla a la destilación, para recoger el destilado en 10-20 cm³ de solución diluída de bicarbonato sódico. Prosíguese la destilación hasta que la substancia en el matraz comience a hervir tumultuosamente; evapórase el destilado hasta pequeño volumen, acidifícase con ácido sulfúrico diluído y en el líquido así obtenido se investiga el ácido nítrico con sulfato ferroso o con brucina por los métodos ordinarios (V. pág. 9).

Para cantidades de nitrato de potasio superiores a 0,10 por 100, la reacción es neta e intensa; no deberán tenerse en cuenta las débiles coloraciones con brucina o los anillos débilmente colorados con sulfato ferroso, porque los extractos pueden contener vestigios de anhídrido nítrico proveniente de las aguas que han servido para su preparación. Mas esa cantidad de anhídrido nítrico nunca llega a 0,10 gr por 100 de extracto.

5. Determinación de la grasa. — Se procede de la manera expuesta para las carnes, extrayendo con éter o con éter de petróleo la substancia seca obtenida según el n. 1 (pág. 2).

Esta determinación es superflua en el caso de que los extractos, disolviéndose completamente en el agua, den un líquido límpid

6. Determinación del nitrógeno total.—Se lleva a cabo siguiendo el método señalado en carnes (pág. 2) sobre una cantidad de extracto que corresponda a no más de un gramo de substancia seca.

7. Determinación de las diversas formas de combinación del nitrógeno.—Puede ser algunas veces útil establecer los tantos por ciento de algunos compuestos nitrogenados, lo cual se hace para las distintas formas de combinación según los siguientes respectivos métodos.

a) Albuminoides insolubles.—Pésanse 10-20 gr de muestra si es sólida o siruposa, ó 25-50 gr si es líquida, y se disuelven en 100-200 cm^3 de agua fría. Si la disolución no es completa, se filtra por filtro tarado y se lava con agua destilada el residuo que queda en el filtro. El líquido filtrado sirve para la determinación subsiguiente *b*; el residuo insoluble (1) se deseca y se pesa. Sobre él se puede verificar la determinación del nitrógeno por el método Kjeldhal del modo ya indicado para las carnes; el número obtenido multiplicado por 6,25 da la cantidad de albuminoides insolubles existentes en la cantidad de extracto pesado.

b) Albúmina coagulable.—El líquido separado del residuo insoluble como se ha dicho en el caso precedente o directamente la solución acuosa del extracto, si éste es del todo soluble, se acidula ligeramente con ácido acético y se calienta a la ebullición. Sepáranse los copos de albúmina en el caso de haberse formado, se lavan sobre filtro con agua caliente, se secan, y sobre ellos se determina el nitrógeno por el método de Kjeldhal. Multiplicando por 6,25 la cantidad de nitrógeno hallada, resulta la cantidad de albúmina coagulable.

c) Albumosas.—El líquido separado de la albúmina coagulable, con las aguas de loción, como se ha dicho en *b*, se diluye, una vez frío, hasta 500 cm^3 con agua destilada. Tómanse 50 cm^3 de este líquido y se procede a la determinación de las albumosas por el siguiente método (2).

Acidúlanse los 50 cm^3 de solución con ácido sulfúrico diluído, se agrega sulfato de zinc finamente pulverizado, hasta saturación del

---

(1) El residuo se puede examinar al microscopio para descubrir la presencia de gránulos de almidón. Si el resultado es positivo, se puede calcular aproximadamente la cantidad de almidón restando del residuo pesado la cantidad de albuminoides determinados del modo señalado en seguida.

(2) Böмer, *Zeitschr. analyt. Chem.*, 1895, pág. 568.

líquido, haciendo de modo que quede por disolver una pequeña porción de la sal. Las albumosas, que se separan en la superficie del líquido, se recogen en un filtro, se lavan con solución saturada de sulfato de zinc débilmente acidulada con ácido sulfúrico, y se desecan en la estufa. Sobre ellos se determina el nitrógeno por el mismo método; la cantidad hallada de nitrógeno, multiplicada por 6,25, da la cantidad de albumosas contenidas en el extracto.

Hay que tener presente que en la cantidad de nitrógeno hallada puede estar comprendida también la debida a la gelatina que puede haberse agregado al extracto, pues esta substancia, como las albumosas, es precipitada por el sulfato de zinc.

d) NITRÓGENO DE LAS BASES DE LA CARNE.—Al líquido separado del precipitado de las albumosas como se ha descrito en *c*, se va agregando solución de fosfotungstato sódico (1), fuertemente acidificada con ácido sulfúrico, hasta que deja de formarse precipitado. Déjase en reposo por 12 horas, fíltrase, lávase con ácido sulfúrico diluído, y luego el filtro con su contenido todavía húmedo se trata con ácido sulfúrico concentrado para la determinación del nitrógeno siguiendo el método de Kjeldhal. De la cantidad de nitrógeno hallada se restará la que está en forma de amoníaco, determinada como se expone en *e*.

Con este método, junto con las bases precipitan también las peptonas; en este caso, la cantidad de nitrógeno hallada será debida a las bases y a las peptonas conjuntamente.

e) AMONÍACO.—200 cm^3 de la solución preparada en *c* para la determinación de las albumosas se diluyen con agua destilada hasta un volumen aproximadamente doble; agrégase cierta porción de magnesia calcinada, se agita y se destila. En el destilado se determina el amoníaco con ácido $\frac{N}{10}$ del modo habitual.

8. Investigación de las peptonas.—Disuélvense en un poco de agua 4-5 gr de extracto, fíltrase si es necesario, sepáranse las albumosas con sulfato de zinc del modo ya descrito, fíltrase, y en el líquido filtrado se precipita el zinc con carbonato sódico. Al líquido, exento de zinc, se adiciona ácido sulfúrico hasta casi neutralización, y luego se hace evaporar en baño maría hasta que se observa la cristalización del sulfato sódico. Una vez frío se separan la sal depositada y el restante líquido; a éste se agregan sosa cáustica en exceso y algunas gotas de una solución al 1 por 100 de sulfato de cobre. En presencia de peptonas, el líquido se tiñe de rojo violáceo.

9. Reconocimiento y determinación de la creatinina.—Esta

(1) Disuélvense en agua destilada 120 gr de fosfato sódico y 200 gr de tungstato sódico, y se diluye el líquido hasta 1 litro.

investigación tiene especial importancia para comprobar la presencia del extracto de carne en las mezclas con otras conservas o con extractos vegetales y de fermentos.

A) Reconocimiento cualitativo.—Unos 10 gr de extracto sólido o 20 gr de extracto líquido se disuelven en 100 cm^3 de agua; la solución se calienta hasta ebullición para coagular la albúmina que pudiere existir, y luego se enfría a la temperatura del ambiente. Agrégase poco a poco acetato de plomo hasta que deja de producir precipitado; se filtra, del filtrado se elimina el plomo con hidrógeno sulfurado, se filtra de nuevo y se concentra hasta pequeño volumen. En el líquido obtenido se busca la creatinina mediante una de estas reacciones

a) A la solución algo diluída se agregan algunas gotas de otra, recién preparada y diluidísima, de nitroprusiato sódico (D = 1,003) y algunas gotas de sosa cáustica. En presencia de creatinina el líquido toma un color rojo de rubí que al poco tiempo pasa al amarillo. Si en el líquido, que se ha vuelto amarillo, se vierte ácido acético en exceso y se calienta, el color se vuelve verdoso y luego azul, con formación de azul de Prusia (1).

b) Al líquido se agrega un poco de solución acuosa de ácido pícrico y algunas gotas de sosa cáustica diluída: en presencia de creatinina, aparece en seguida una coloración roja, persistente por varias horas, a la que la adición de ácidos vuelve amarilla (2).

Esta última reacción la da también la acetona si ésta existe, se hierve el líquido en examen antes de proceder al ensayo.

B) Determinación cuantitativa.—Se puede obtener por el siguiente método colorimétrico, basado en la reacción con ácido pícrico (3) antes señalada.

Reactivos.—Prepáranse los siguientes líquidos:

a) Disuélvense 1,2 gr de ácido pícrico en 100 cm^3 de agua;

b) Solución de sosa cáustica al 10 por 100;

c) Solución $\frac{N}{2}$ de bicromato potásico (4).

---

(1) Weyl: *Ber. deutsch. chem. Ges.*, 11, 1878, 2175.

(2) Jaffé: *Zeitschr. f. physiol. chem.*, 10, 1886, 399.

(3) Baur y Barschall: *Zeitschr. Unt. Nahr. Genussmittel* XIII, 1907, pág. 353.

(4) Según los experimentos de diversos autores esta solución presenta la misma coloración de un líquido a base de creatinina preparado del siguiente modo: disuélvense 0,010 gr de creatinina en un poco de agua, agréganse 15 cm^3 de la solución de ácido pícrico *a*, y 5 cm^3 de sosa cáustica; déjase en reposo por 5 minutos y luego se diluye el líquido hasta 500 cm^3. Esta solución y la $\frac{N}{2}$ de bicromato presentan tales coloraciones, que ensayadas al colorímetro, un estrato de 8,1 mm de espesor de la primera corresponde a 8 mm de la segunda. Por esto en la determinación de la creatinina por vía colorimétrica, basta preparar simplemente, como tipo de confrontación, la solución $\frac{N}{2}$ de bicromato potásico.

Manera de proceder.—Disuélvense 10 gr de substancia en 100 cm³ de agua destilada; a 10 cm³ de esta solución se agregan 15 cm³ de la solución *a* y 5 cm³ de la solución *b*. A los 5 minutos se diluye con agua la solución hasta 500 cm³.

El líquido así preparado se ensaya en el colorímetro de Dubosq, en el cual sirve de confrontación un espesor de 8 mm de la solución de bicromato potásico.

Obtiénese del modo usual la igualdad de coloraciones y se procede a la lectura en la escala; si se han leído *a* mm, la cantidad de creatinina *(x)* contenida en 1 gr de extracto vendrá dada por la fórmula:

$$x = \frac{8{,}1 \times 10}{a}$$

En el caso de hallarse una cantidad de creatinina superior a 16 mg se repite el ensayo diluyendo hasta el doble la solución de que se parte. Además, hay que tener presente que la determinación expuesta debe efectuarse lo más rápidamente posible, es decir, en cosa de media hora.

10. Determinación de la creatina.—Si además de la creatinina debe también determinarse la creatina, se procederá del modo siguiente: Disuélvense 10 gr de extracto en 100 cm³ de ácido clorhídrico diluidísimo $\left(\text{aproximadamente } \frac{N}{3}\right)$, se calienta por cuatro horas al baño maría y luego se neutraliza con sosa cáustica. Una vez frío el líquido se diluye hasta 100 cm³ y se prosigue exactamente como para la determinación de la creatinina.

Esta determinación da la creatinina total (creatinina preexistente más la procedente de la transformación de la creatina por la acción del ácido clorhídrico), por lo que conociendo ya la cantidad de creatinina preexistente (n. 9), se obtiene por diferencia la cantidad de creatinina proveniente de la transformación de la creatina. Multiplicando por 1,16 esa diferencia, resulta la cantidad de creatina contenida en 1 gramo de extracto.

11. Investigación de los extractos de fermentos.—Los extractos de fermentos contienen principalmente notables cantidades de cuerpos xantínicos (xantina, adenina, carnina, etc.), pero a diferencia de los extractos de carne, carecen de creatina y creatinina. Resulta fácil, por lo tanto, revelar la existencia de extracto de carne en sus mezclas con extracto de fermentos, pero en cambio no es fácil el problema inverso, que es el que con más frecuencia se presenta, de comprobar la presencia de los extractos de fermentos en extractos de carne. De los diversos métodos propuestos, algunos de ellos empíricos, el único que puede dar resultados atendibles es el pro-

puesto por Micko (1), el cual se basa en el reconocimiento de una substancia particular, de la naturaleza de las gomas, que solamente se encuentra en los extractos de fermentos. El método de Micko es el siguiente:

Una porción de extracto se disuelve en tres partes de agua caliente, y se agrega amoníaco en ligero exceso. Sepárase por filtración el precipitado formado, y después de dejarlo enfriar a la temperatura ambiente, se agrega al filtrado un exceso de una solución amoniacal de cobre recién preparada (100 cm^3 de una solución al 13 por 100 de sulfato de cobre mezclados con 150 cm^3 de amoníaco y con 300 cm^3 de sosa cáustica al 14 por 100).

En presencia de extractos de fermentos se produce un denso precipitado, que se conglomera en una masa compacta. Fíltrase a través de tela y una vez fuertemente exprimido, se disuelve el precipitado en agua acidulada con un poco de ácido clorhídrico; a la solución obtenida se agrega un volumen tres veces mayor de alcohol. Así se obtiene una substancia que en estado seco forma un polvo finísimo soluble en agua, dando un líquido límpido, con gran poder adhesivo, con poder rotatorio específico $[\alpha]_D = 90{,}1$ y que por la acción de los ácidos se transforma en un azúcar de débil poder rotatorio dextrógiro, que reduce el licor de Fehling y que fermenta.

Los extractos de carne puros no dan, con el procedimiento descrito, precipitado o enturbiamiento alguno, mientras que un extracto que contenga aun tan sólo 10 por 100 de extractos de fermentos da ya un abundante precipitado.

11. Extracto alcohólico según Liebig.—Aunque muy discutido, he aquí el método primitivo de Liebig para la apreciación de las substancias insolubles en alcohol de 80°.

Disuélvense en un vaso 2 gr de extracto con 90 cm^3 de agua. Agréganse luego 50 cm^3 de alcohol de 93°. El precipitado que se forma queda fuertemente adherido a las paredes del vaso, de modo que se puede verter con facilidad el líquido alcohólico en una cápsula tarada. El precipitado se lava con 50 cm^3 de alcohol de 80°, que se adiciona al contenido en la cápsula. La solución se evapora al baño maría a unos 70° y el residuo se seca por 6 horas en estufa a 100°.

Según algunas modificaciones propuestas, se debe lavar al menos por tres veces con alcohol de 80°, y la desecación debe ser prolongada, pues requiere mucho más tiempo (a menudo 35 horas y aun más) para la total eliminación del agua.

12. Investigación del azúcar y de las dextrinas.—Disuélvense en agua 10 gr de extracto, hiérvese para eliminar la albúmina, agrégase acetato de plomo para la defecación, elimínase el acetato de

(1) *Zeitschr. Unt. Nahr. Genussmittel.*, 8, 1904, pág. 230.

plomo en exceso con fosfato sódico, dilúyese con agua hasta 100 cm³, y en una parte alícuota se procede a la inversión del modo usual. Habiendo procedido a la determinación polarimétrica antes y después de la inversión, se calcula la sacarosa por la fórmula de Clerget (V. Capítulo Azúcares).

Las polarizaciones dan ya un indicio acerca de la presencia de dextrinas, que puede confirmarse evaporando la solución acuosa hasta consistencia siruposa, mezclándola íntimamente con alcohol de 95°, separado el precipitado obtenido para disolverlo en un poco de agua y tratar nuevamente con alcohol la solución obtenida. Sobre el precipitado recogido se puede identificar la dextrina por los métodos habituales (V. art. Dextrina en el Cap. III de este tomo).

13. Rebusca de los antisépticos.—Se procede según los métodos expuestos para los embutidos (pág. 9). Hay que poner particular atención en la investigación del ácido bórico, del ácido salicílico, del formaldehido y del anhídrido sulfuroso, que pueden hallarse en los extractos más fácilmente que las demás substancias conservatrices.

***

Los *extractos de carne* deben disolverse fácilmente en el agua dando un líquido límpido, o sólo ligeramente turbio (un enturbiamiento marcado es indicio de alteración); no deben contener, o han de contenerlos sólo en vestigios, albuminoides insolubles o coagulables, y no han de contener grasa, o cuando más el extracto etéreo no ha de ser superior a 1,50 por 100.

El contenido en *agua* de los extractos sólidos del comercio rara vez excede de 21 por 100 (ordinariamente oscila entre 17 y 20 por 100). Los extractos líquidos contienen aproximadamente 65 por 100 de agua.

Las *cenizas* de los extractos sólidos llegan ordinariamente a 20 por 100, con oscilaciones de 17 a 25 por 100; y están constituídas principalmente por fosfato de potasio con pequeñas cantidades de cloruros de sodio y de potasio y de fosfato de calcio; el ácido fosfórico es en parte de origen orgánico y está en proporción de 23 a 38 por 100 de cenizas; el cloro no debe estar en cantidad superior a 15 por 100 de cenizas, calculado como cloruro de sodio. Las sales de potasio, calculadas como óxidos, oscilan en las cenizas entre 32 y 46 por 100, o lo que es lo mismo, entre 6 y 12 por 100 referidas al extracto de tenor normal de agua (17-21 por 100).

La *substancia orgánica* de los extractos, que se obtiene restando de 100 los tantos por ciento de agua, cenizas y grasa, asciende de 58 a 62 por 100 y está preponderantemente constituída por substancias albuminoideas, de las cuales una parte considerable (correspondiente aproximadamente a la mitad del nitrógeno total) no ha sido todavía identificada.

Las *substancias orgánicas no nitrogenadas* están contenidas en escasa proporción y entre ellas son las principales el glicógeno (hasta 1,50 por 100), la inosita, el ácido sarcoláctico, el ácido butírico, etc.

El *nitrógeno total* oscila en los extractos entre 8,5 y 9,50 por 100; por lo menos el 10 por 100 del nitrógeno total debe estar en forma de creatina y creatinina, que son los componentes químicos más característicos de los extractos de carne. También las albumosas son componentes normales de estos extractos, y varían entre 5 y 10 por 100; la cantidad de nitrógeno en

forma de bases xantínicas debe oscilar entre 6 y 9 por 100 del total. El amoníaco ha de estar contenido sólo en pequeña cantidad, pues no debe exceder de 0,60 por 100 (promedio de numerosos análisis).

El alcohol de 80° (*ensayo de Liebig*) ha de disolver no menos de 56 por 100 de substancia; en general disuelve 61 a 64 por 100.

El *azúcar* y las *dextrinas* no se hallan en los extractos normales; como tampoco deben hallarse las substancias conservatrices comunes.

CARNES CONSERVADAS EN LATAS

El análisis de las conservas de carne en cajas de hojalata tiene los mismos fines que el de los embutidos y de los extractos de carne, es decir, determinar el valor nutritivo y revelar las posibles falsificaciones y alteraciones; por esto las determinaciones que de ordinario se practican, ya sobre el caldo y la carne por separado, ya directamente sobre el producto, son las del agua, cenizas, grasa, nitrógeno, acidez de la grasa, carne de caballo, almidón, substancias colorantes y antisépticos, siguiendo los métodos expuestos en el artículo Embutidos. Pero además de estas determinaciones tiene especial importancia para tales productos el examen de los caracteres externos de las cajas y el reconocimiento de los metales, para lo cual se puede seguir las normas que a continuación se exponen.

1. Examen de los caracteres externos y organolépticos.—Las cajas que contienen carnes en conserva deben tener los fondos más o menos cóncavos, indicio de haberse mantenido el vacío; si los fondos aparecen convexos y más o menos hinchados se puede sospechar que el contenido ha sufrido alteración.

Abierta la caja, se debe ensayar la reacción, en diversas partes del producto, con papel de tornasol: la reacción debe ser ligeramente ácida y el producto deberá inspirar sospechas si la reacción es decididamente alcalina. El caldo debe ser gelatinoso y transparente, y su olor y su sabor, así como los de la carne, deben ser gratos y normales, correspondientes a los de las buenas conservas. Se examinará también el estado de la carne internamente, observando el color y la consistencia del corte reciente y si se desprenden burbujitas gaseosas.

Las conservas en descomposición avanzada se reconocen en seguida por el olor a amoníaco y a veces a hidrógeno sulfurado y muy a menudo de indol y escatol, bastante desagradables. La descomposición incipiente se revela por el examen bacteriológico, que en todo caso es utilísimo.

2. Reconocimiento de los metales pesados.—Se observa ante todo, valiéndose de una lente de aumento, si en el interior de la caja se encuentran glóbulos metálicos (desprendidos a veces durante la soldadura) y en caso afirmativo se recogen y se examinan por los métodos ordinarios de análisis. Procédese luego a la investigación

cualitativa de los metales pesados en la masa, por el siguiente método:

En una cápsula de porcelana se pesan unos 50 a 60 gr de la muestra obtenida mezclando íntimamente el contenido de una o más cajas con un trinchante, se seca al baño maría y se incinera con cuidado. Trátanse las cenizas con ácido nítrico concentrado y se evapora a sequedad; el residuo se trata con ácido nítrico diluidísimo y se filtra. La porción que ha quedado en el filtro sirve para buscar el estaño y el antimonio por los métodos usuales. El filtrado se evapora con adición de ácido clorhídrico concentrado, hasta sequedad; el residuo obtenido se trata en caliente con agua acidulada con ácido clorhídrico y se buscan según los usuales métodos el plomo, el cobre, el zinc, etc.

3. Determinación del cobre y del plomo.—Vacíanse una o dos cajas de carne en la tolva de un trinchante, tritúrase el conjunto finamente, y se procede luego al reconocimiento del cobre y del plomo por el siguiente método: Pésanse 100 gr de muestra, sécanse en la estufa, incinéranse con cuidado; trátanse las cenizas con exceso de ácido nítrico concentrado, caliéntase y evapórase luego al baño maría hasta total eliminación del ácido. Trátase el residuo con agua destilada, acidúlase con una gota de ácido nítrico diluído, caliéntase, filtrase, y se lava bien el residuo carbonoso que puede haber quedado en el filtro.

El líquido filtrado se evapora al baño maría hasta unos 50 cm^3, agrégase un volumen igual de alcohol absoluto y luego se acidifica con un exceso de ácido sulfúrico diluído, que precipita el plomo en estado de sulfato. Abandónase por 1-2 horas, recógese el precipitado en crisol de Gooch, lávase con alcohol hasta que el filtrado tiene reacción neutra, desécase, caliéntase al baño de aire en un ancho crisol de porcelana y se pesa. Del peso del sulfato se deduce el plomo ($PbSO_4 \times 0{,}683 = Pb$).

El líquido separado del sulfato de plomo se evapora al baño maría hasta eliminación del alcohol y en él se determina el cobre por vía electrolítica (tomo I, pág. 313), o bien en estado de sulfuro de cobre por el común método de Rose.

4. Reconocimiento del arsénico. — En un matraz de fondo redondo se pesan 50 gr de la muestra obtenida en el trinchante, como se ha dicho en el n. 3; añádense 10 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado y se calienta sobre llama desnuda; cuando la masa ha tomado un aspecto compacto, se vierten otros 30 cm^3 de ácido sulfúrico y se calienta otra vez con precaución, agregando, si conviene, otras pequeñas cantidades de ácido concentrado, hasta completa decoloración del líquido. Déjase enfriar, viértese cuidadosamente el líquido en 150 cm^3 de agua fría, se filtra, y el filtrado se emplea para el reconocimiento del arsénico, que se efectúa en el aparato de

Marsh (V. n. 5, *b*), y a veces también para el de otros metales (zinc, níquel, etc.), que se efectúa por los métodos ordinarios.

Para la destrucción de la materia orgánica, y subsiguiente rebusca del arsénico, del zinc, etc., se puede también seguir, con óptimo resultado, el método de Gasparini (1) que se describe a continuación:

Pónense 50 gr de substancia en un vaso de precipitados bastante ancho y alto, y se cubren completamente con ácido nítrico concentrado puro; tápase el vaso con un gran vidrio de reloj provisto de dos orificios simétricamente dispuestos a la distancia de seis a siete centímetros entre sí. Por estos dos orificios pasan dos varillas de vidrio, cuyas extremidades sostienen dos láminas de platino que sirven de eléctrodos; las varillas están atravesadas por un alambre de platino enlazado con las láminas. Estas se hallan dobladas en ángulo recto con las varillas, que se fijan de manera que una de las láminas se halle en el fondo del recipiente, y la otra un poco por debajo de la superficie del ácido nítrico.

Mantiénese la substancia en contacto con el ácido nítrico por algunas horas y luego se aplica la corriente eléctrica con una intensidad de 4-6 Amp (fuerza electromotriz 8 Volt). Mantiénese la corriente hasta que el líquido aparece límpido y azulado y la capa de grasa, que pronto pasa a flotar en la superficie, se ha reducido mucho. Déjase enfriar, y se separa por filtración la capa de grasa, la cual se lava con agua acidulada con ácido nítrico, calentando y agitando cada vez, y dejando enfriar al fin y filtrando por decantación. Las aguas de loción se agregan al líquido filtrado, y el conjunto se evapora en cápsula de porcelana al baño maría. El residuo se trata con agua, y en la solución límpida de color amarillento se investiga el arsénico con el aparato de Marsh.

5. Examen del estañado de las cajas. —Búscanse especialmente el plomo y arsénico en el estañado interno.

a) Reconocimiento del plomo.—Córtase con las tijeras una porción de caja que no tenga soldadura, lávase con alcohol y éter la parte estañada de la laminita cortada, y se hace secar. Déjanse caer sobre ella dos o tres gotas de ácido nítrico concentrado y al cabo de uno o dos minutos se calienta con cuidado la porción humedecida, hasta total eliminación del ácido. Déjase enfriar, y la mancha blanca formada sobre la laminilla se humedece con una solución de yoduro potásico al 5 por 100: en presencia del plomo aparece una coloración amarilla a consecuencia de la formación de yoduro de plomo. Con este procedimiento, si el estañado es muy débil, puede ocurrir que el ácido nítrico ataque también el hierro subyacente a la capa de estaño, y por lo tanto la coloración señalada podría ser también

(1) *Gazz. chim. italiana*, 1905, I, pág. 501.

debida al yoduro de hierro; en tal caso conviene confirmar la existencia del plomo del modo siguiente:

Otra porción de la caja, preparada y lavada del modo indicado, se trata con ácido nítrico diluído en un volumen igual de agua, calentando hasta casi ebullición. El tratamiento se lleva a cabo en una cápsula de porcelana vertiendo el ácido caliente sobre la parte estañada de la laminilla, la cual se frota con una varilla de vidrio provista de anillo de caucho; agítase, sepárase la laminilla lavándola con un poco de agua y se evapora hasta casi sequedad el líquido ácido. Trátase el residuo con agua hirviente ligerísimamente acidulada con ácido nítrico; sepárase por filtración el ácido estánnico y en el filtrado se vierte sulfuro amónico en ligero exceso calentando hasta casi ebullición; el precipitado, que puede haberse formado, se recoge en un pequeño filtro, se lava y se disuelve en un poco de ácido nítrico diluído. Evapórase a sequedad, trátase el residuo con agua caliente y se agregan algunas gotas de solución de cromato potásico: si existe plomo, aparecerá el precipitado de cromato amarillo.

Para la determinación *cuantitativa* del plomo se sigue el método expuesto en Hojalata (tomo I, Metales, pág. 346).

b) Reconocimiento del arsénico. — Se desprende, rascando, una porción de estañado, evitando en lo posible arrancar partículas del metal subyacente. Atácanse las raspaduras con ácido nítrico puro, exento de arsénico, y se evapora a sequedad; trátase el residuo con un poco de ácido sulfúrico purísimo y se calienta hasta aparición de humos blancos; déjase enfriar, dilúyese con dos o tres volúmenes de agua destilada, y en la solución así preparada se busca el arsénico mediante el aparato de Marsh.

El *Método de Marsh* para la investigación del arsénico se basa en que todos los compuestos arsenicales sometidos a la acción del hidrógeno naciente se transforman en hidrógeno arsenical, el cual por la acción del calor se descompone con depósito de arsénico.

El aparato, al cual se dan variadas disposiciones, consiste, en una de sus formas más sencillas, en un frasco de Woulf de dos bocas, con una de ellas atravesada por un tubo de vidrio recto que penetra hasta casi el fondo del recipiente y termina superiormente en un embudito, y el otro por un tubo acodado que comunica con una bola de vidrio o con un tubo en U lleno de cloruro de calcio seco. Sigue un *tubo de vidrio* difícilmente fusible, de 40-45 cm de longitud y 5-6 mm de diámetro; en un cierto punto este tubo se adelgaza, presentando así una especie de estranguladura, y termina en punta delgada.

Montado el aparato, se introduce el frasco de Woulf hasta su mitad en agua fría; introdúcese en él cierta cantidad de zinc puro y ácido sulfúrico diluído (1 parte de ácido concentrado y 4-5 partes de agua), y se deja que se desprenda hidrógeno hasta que el aire esté

completamente expulsado. Caliéntase entonces el tubo al rojo con un Bunsen de unos 10 cm de anchura de pico y se observa si en la estranguladura se forma un anillo gris o negro brillante; si no se forma se tendrá la prueba de que así el zinc como el ácido sulfúrico empleados están exentos de arsénico, y entonces se podrá proceder a la investigación del arsénico.

A este fin, dejando que siga funcionando el aparato, se introduce en el frasco, mediante el embudo, por pequeñas porciones y a intervalos de unos 10 minutos la solución en examen; si contiene arsénico comienza a verse casi en seguida, a corta distancia del punto calentado, en la estranguladura, un anillito, primero pardusco, luego negro brillante, más o menos aparente según la cantidad de arsénico.

Si el experimento se ha llevado a cabo correctamente, es decir, si el tubo se calentó al rojo, si el desprendimiento del gas fué lento y prolongado y si el líquido ensayado se vertió por pequeñas porciones, la descomposición del hidrógeno arsenical habrá sido completa, y todo el arsénico se encontrará en estado metálico en la estranguladura, en forma de anillo, de suerte que si se quiere, se puede determinar la cantidad, cortando convenientemente el tubo de vidrio que contiene el anillo, pesándolo, disolviendo el anillo con ácido nítrico, lavando el tubo, secándolo y pesándolo de nuevo: la diferencia entre las dos pesadas da la cantidad de arsénico contenida en el tubo en examen.

Cuando no se desee conocer la cantidad de arsénico, o sea en la mayoría de los casos, obtenido el anillo en cuestión al principio de la reacción, se deja de calentar y se enciende el hidrógeno en el extremo libre del tubo de vidrio. Si la cantidad de arsénico no es pequeñísima, la llama aparecerá de color violáceo lívido y despedirá olor aliáceo; en todo caso, cortando la llama por medio de una placa de porcelana, en el punto de contacto de ella con la llama se formará una mancha de color gris pardusco o negra brillante como los anillos. Conviene mover la placa de porcelana, para evitar que calentándose demasiado se volatilice el arsénico; y así pueden obtenerse diversas manchas.

Obtenidos los anillos y las manchas, es conveniente asegurarse de que son de arsénico y no de antimonio, el cual, de estar presente en el líquido, también puede depositarse en las mismas condiciones; procédese como sigue:

1.° Tratándolas con una solución de hipoclorito de calcio o de sodio las manchas de arsénico se disuelven fácilmente, y las de antimonio persisten sin alterarse y no desaparecen hasta al cabo de algún tiempo.

2.° En una solución concentrada de nitroprusiato sódico, el arsénico queda insoluble y el antimonio se disuelve.

3.º Tratando la mancha en caliente con ácido nítrico, evaporando al baño maría, humedeciendo el residuo con dos gotas de agua y agregando nitrato de plata amoniacal (2 ó 3 gotas), en presencia de arsénico se obtiene un precipitado rojo de ladrillo de arseniato de plata.

El método de Marsh es sensibilísimo, llegando a poder descubrirse con el hasta 0,001 mg de arsénico.

6. Examen de la soldadura de las cajas. — La soldadura que se ha de examinar es la que se halla en la cara interna de las latas. Sepárase de la caja por medio de unas tijeras y se funde; o bien se exponen las partes soldadas a la llama de un mechero Bunsen recogiendo en un crisol de porcelana no barnizado la soldadura que fluye y calentándola hasta fusión para obtener un botón homogéneo. En éste se determina el plomo por uno de los siguientes métodos:

a) DETERMINACIÓN POR EL PESO ESPECÍFICO.—Si la aleación está en cantidad suficiente (aprox. 1 gr), se martillea para hacer desaparecer de su interior cualquiera irregularidad o hueco, y luego se determina el peso específico por los métodos habituales. Si el peso específico es igual o superior a 7,70 la aleación contiene más de 10 por 100 de plomo; si está comprendido entre 7,60 y 7,70 (lo que indica que la cantidad de plomo está comprendida entre 10 y 15 por 100) es recomendable proceder a la determinación cuantitativa del plomo; si el peso específico es inferior a 7,60 la aleación contiene seguramente menos de 10 por 100 de plomo (1).

Este método, basado en la variabilidad del peso específico de las aleaciones de estaño y plomo según la proporción de los componentes, es bastante rápido, y recomendable en el caso de que sólo se quiera conocer con aproximación la cantidad de plomo.

b) DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL PLOMO.—Procédese como está descrito en Aleaciones de plomo y estaño (tomo I, pág. 349).

7. Examen del caucho.—Para el cierre de las cajas se emplean a veces anillos de caucho, que deben ser recogidos y examinados, para buscar en ellos el plomo, el zinc y otros metales.

Incinérase el caucho; las cenizas se tratan con una pequeña cantidad de ácido nítrico y de agua hirviente; se filtra y el filtrado se analiza por los consabidos métodos.

Para investigaciones más exactas se procede así:

En un crisol de porcelana se funden unos 2 gr de una mezcla en partes iguales de carbonato sódico y nitro, y durante la fusión se agrega por pequeñas porciones 1 gr aproximadamente de substancia,

---

(1) S. CRIMALDI: *Staz. sper. agrar. italiane*, 1904, pág. 1026.— G. GIUSTI, íd. 1905, pág. 820.

finamente desmenuzada. Déjase enfriar y la masa se trata con agua, se calienta y el líquido límpido se decanta; trátase el residuo por un par de veces con 50 cm^3 de agua, calentando hasta hervir, y después se filtra. El plomo y el zinc se hallan en estado de carbonatos, que una vez disueltos en ácido acético se pueden identificar por los métodos de costumbre. La presencia de zinc ha sido ya por lo demás revelada por el color amarillo de la masa fundida y caliente.

Para la eventual investigación del antimonio y del mercurio, véase el art. Caucho vulcanizado, n. 5 (Cap. XI de este tomo).

CAPÍTULO II

LECHE Y SUS DERIVADOS

De la leche se obtienen principalmente dos importantísimos productos: la manteca y el queso; así de éstos como de la leche, conservada o condensada, se trata en el presente capítulo.

LECHE

La leche es una solución acuosa, y en parte coloidal, de caseína, albúmina, lactosa y sales minerales, íntimamente emulsionada con substancias grasas (1).

La leche que constituye el artículo más importante de alimentación y de comercio y para la cual se interesa más frecuentemente el análisis, es principalmente la proveniente de la vaca.

Sus sofisticaciones más comunes consisten en la *adición de agua* y en *el descremado*. Además, puede hallarse mezclada con diversas substancias extrañas (rara vez harinas, almidones, dextrina, albúmina, etc.) o adicionada de substancias antisépticas (ácido bórico, bórax, ácido salicílico, formaldehido, ácido benzoico, fluoruros, agua oxigenada, etc.) para asegurar su conservación, o bien de sales alcalinas (carbonato o bicarbonato de sodio) para retardar o corregir su fermentación. Por lo tanto el análisis de la leche comprenderá los siguientes ensayos y determinaciones.

Toma y conservación de la muestra.—La muestra, antes de ser sometida al análisis, ha de ser bien remezclada, ya vertiéndola repetidamente de uno a otro recipiente, evitando la formación de espuma, ya agitándola en dirección vertical, lentamente y sin sacudirla, con una varilla que lleva en el fondo un disco agujereado, o un vasito metálico.

Luego, si el análisis no se verifica inmediatamente a la toma de

(1) Otra definición de la leche, en la que se atiende en cambio al origen, es la siguiente: «La leche es el líquido segregado por la glándula mamaria, a consecuencia del ordeño ininterrumpido y completo de animales sanos, ocho días al menos después del parto». (Fascetti: *Caseificio*, pág. 36).

BIBLIOTECA PROVINCIAL - PODER

la muestra, es necesario asegurar la conservación mediante adición de preservativos, atendiendo a que no puedan falsear los resultados analíticos: sirve a tal fin el bicromato potásico en solución al 10 por 100, el formaldehido, el agua oxigenada, el ácido fénico en solución alcohólica, el sublimado (solución aproximadamente 5 por 100), etc., usados en pocas gotas. Este último conserva la leche perfectamente por varios días, sin alterar la composición ni perjudicar las investigaciones, pero tiene el inconveniente de ser venenoso y exigir por lo tanto precauciones especiales para evitar posibles inconvenientes.

1. Caracteres organolépticos.—Obsérvase si la leche presenta su olor y sabor especiales, agradables; si no es amarga, ácida, lixiviosa, salada (alteraciones); si su color es blanco opaco normal, no amarillento, rojizo o azulado (alteraciones). Obsérvase la reacción al papel de tornasol: ha de ser anfotera.

Fig. 1.

2. Determinación del peso específico.—Puede determinarse por los métodos ordinarios, con la balanza de Westphal, con el picnómetro o con un densímetro, a la temperatura de 15°. Pero es más común determinarlo del modo siguiente, ya sobre la leche sin modificación, ya sobre el suero de ella obtenido.

a) En la leche: Puede usarse el *lactodensímetro de Quevenne*, constituído por un areómetro (fig. 1) cuya espiga graduada está dividida en 29 partes, comprendidas entre 15 y 40, correspondientes a las milésimas de densidad por encima de la unidad; es decir, por ejemplo, que el número 32 del lactodensímetro indica la densidad 1,032. El mismo aparato está provisto de termómetro cuya escala generalmente se prolonga por encima de la espiga graduada. Esta lleva otras dos graduaciones convencionales que indican la cantidad de agua aproximadamente adicionada a la leche, correspondientemente a la densidad marcada; de estas dos graduaciones, la amarilla sirve para la leche entera y la azul para la leche descremada. Cuando la temperatura de la leche es precisamente de 15°, el número leído en la escala del lactodensímetro representa desde luego la densidad de la leche; cuando la temperatura no es de 15° se recurre a especiales tablas de corrección, una para la leche entera y otra para la leche descremada; cuando la discrepancia con respecto a los 15° no es mucha (no excede de ± 5° aproximadamente), la corrección se puede obtener sumando o restando 0,0002 a la densidad hallada, o bien 0,2 a los grados leídos en el lactodensímetro, por cada grado de temperatura respectivamente superior o inferior a 15°.

Para proceder a la determinación, se vierte la leche, bien mezclada, en una probeta de vidrio colocada sobre un plano horizontal, evitando la formación de espuma, y se introduce en ella el lactodensímetro de modo que ocupe la parte central del líquido. A los dos minutos se lee el peso específico, cuidando de que la visual enrase con la superficie libre de la leche y sea normal a la espiga graduada.

JUNTA DE INTERCAMBIO DE LIBROS Y REVISTAS PARA BIBLIOTECAS

La determinación de la densidad de la leche por este procedimiento es fácil y rápida, y como prueba preliminar, es muy útil; puede constituir una buena guía para los inspectores sanitarios encargados de la toma de muestras de leche; pero puede conducir a conclusiones erróneas, cuando se ignora si se trata de leche entera o descremada.

b) En el suero: Caliéntanse 150 cm³ de leche entre 40°-50°, se agregan 2 cm³ de una solución de ácido tartárico en alcohol de 85°, y muy concentrada (D = 1,030-1,032); déjase de calentar, agítase con una varilla de vidrio para reunir el coágulo y se filtra a través de una tela fina o de un tejido de lana. El suero filtrado se vierte en una probeta, se deja enfriar al aire o sumergiendo la vasija en agua fría, y se determina, por uno de los métodos señalados, la densidad a 15°.

El uso del lactodensímetro de Quevenne, tanto para la leche como para el suero, siguiendo las normas indicadas, está prescrito por los Métodos oficiales italianos del *Min. di A. I. e C.* (1905).

3. Determinación de la substancia seca (residuo o extracto).— Se lleva a cabo por los siguientes métodos:

a) Directamente.—Pésanse 10 gr de leche en una cápsula plana de porcelana, de níquel o de platino de unos 70 mm de diámetro, evapórase a baño maría y se termina la desecación en estufa de aire, a 100°-105° por dos horas y media. El peso obtenido, multiplicado por 10, da el tanto por ciento de substancia seca en la leche.

Los Métodos oficiales italianos (*dei Lab. del Min. di A. I. e C.* 1905) prescriben este mismo método, con la variante de mezclar los 10 gr de leche con un peso aproximadamente igual de papel previamente desecado y agotado con éter de petróleo, o bien con un peso algo mayor de pómez pulverizada.

b) Indirectamente.—Conociéndose el peso específico y el tanto por ciento de grasa de la leche, se puede, en las leches normales, determinar la substancia seca (x) mediante la fórmula de Fleischmann:

$$x = 1{,}2\,g + 2{,}665\,\frac{100\,p - 100}{p}$$

siendo g el tanto por ciento de grasa y p el peso específico de la leche.

Para abreviar los cálculos en la aplicación de esta fórmula es

útil el uso de tablas especiales, como por ejemplo, la de Siats (1), o bien del aparato calculador de discos metálicos de Ackermann.

Este método está también prescrito por los Mét. of. ital. 1905.

4. Determinación del residuo magro.—La substancia privada de grasa (s) se determina con la fórmula:

$$s = x - g$$

en la que x corresponde al tanto por ciento de substancia seca y g al tanto por ciento de grasa.

5. Determinación de la substancia grasa.—Pueden seguirse diversos métodos, volumétricos o ponderales.

a) Métodos volumétricos.—Están basados en la separación mecánica, mediante convenientes tratamientos, de la grasa de la leche; el más comúnmente empleado en la técnica es el que emplea el *Acido-butirómetro de Gerber* según el siguiente procedimiento:

Reactivos: 1. Acido sulfúrico purísimo de D = 1,820-1,825 a 15° 2. Alcohol amílico purísimo de D = 0,815-0,818 y punto de ebullición 124°-130°, comprobado por un ensayo en blanco.

Fig. 2.

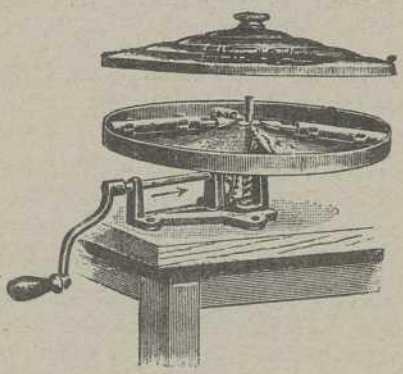


Fig. 3.

Fig. 4.

Aparatos: *a)* Butirómetro con una sola abertura (fig. 2), graduado de modo que a cada grado corresponda 1 por 100 de grasa en la leche.

b) Pipetas: de 1 cm³ para el alcohol amílico; de 11 cm³ para la leche; de 10 cm³ para el ácido sulfúrico.

(1) Fascetti: *Caseificio*, pág. 80.

c) Centrifugador, constituído por un plato redondo (fig. 3), dentro del cual se puedan instalar en especiales tubos metálicos los butirómetros, provisto de tapa y que se pueda hacer girar, ya a mano, ya mediante transmisión mecánica.

Modo de operar.—Tómanse con la pipeta (1) 10 cm^3 de ácido sulfúrico y se introducen en el butirómetro, agrégase con otra pipeta 1 cm^3 de alcohol amílico, sin agitar. Luego, lo más rápidamente posible, se dejan caer 11 cm^3 de leche con la correspondiente pipeta. Ciérrase la abertura del aparato con el tapón de goma, y se agita enérgicamente, con lo que se produce un fuerte calentamiento y la disolución en el ácido de los albuminoides de la leche; lograda ésta, se pone el butirómetro en un baño maría a 65°-70°, donde se deja por unos 10 minutos. Al sacarlo del baño, se enjuga y se instala en el centrifugador. Al cabo de 2 minutos de centrifugación se repone el butirómetro en el baño maría por 4 ó 5 minutos y se lee el espesor de la capa de grasa acumulada en la parte superior: el número de grados leídos en la escala del butirómetro expresa directamente la cantidad de grasa por ciento de leche.

En el caso de leche magra la centrifugación se debe repetir varias veces, haciéndola preceder cada vez de un caldeo al baño maría, y débense usar butirómetros especiales llamados de *precisión*, en los cuales (fig. 4) la graduación de la parte superior de la espiga está reducida, con respecto a la de los butirómetros ordinarios, a $\frac{1}{10}$ o a $\frac{1}{100}$.

b) Métodos ponderales.—En éstos se pesa la grasa extraída de la leche mediante disolventes.

Según Rose-Gottlieb se ponen 10 cm^3 de leche y 2 cm^3 de amoníaco (p. esp. 0,960; unos 95 de NH_3 en 1000) en una probeta de 100 cm^3 graduada en medios centímetros cúbicos, y se agregan 10 cm_g de alcohol de 95°. Cerrada la probeta con un tapón, se agita la mezcla repetidamente volviendo el aparato boca abajo, y cuando el contenído se ha vuelto homogéneo, se agregan 25 cm^3 de éter etílico anhidro; se agita, se agregan 25 cm^3 de éter de petróleo puro que hierva a 60°, y se agita de nuevo. Al cabo de una hora de reposo se toma una parte alícuota, y la mayor posible, de la solución etérea de la grasa, atendiendo a que sea limpidísima, trabajando con una pipeta, con un sifoncito o con otros medios semejantes, después de haber leído el volumen ocupado en la probeta por la solución etérea, y por diferencia el volumen de la porción tomada. El líquido etéreo tomado de la probeta se evapora cuidadosamente al baño maría en un reci-

(1) Los aparatos de vidrio deben haberse siempre lavado bien con solución de sosa al 10 por 100.

piente tarado, se deseca a 100° y se pesa: el peso corresponde al contenido en grasa de la porción de solución etérea evaporada, y con un simple cálculo se refiere al de toda la solución, es decir, a 10 gr de leche.

Según los *Mèt. of. italianos* (1905), la grasa se determina no sólo por el procedimiento del Acido-butirómetro, sino también por pesada, operando en un aparato extractor con éter etílico sobre 10 gr de leche, mezclados con 5 gr de pasta de papel y secados (n. 3); el residuo obtenido por evaporación del éter, desecado por 4 ó 5 horas en estufa a 100°, da la grasa contenida en 10 gr de leche.

6. Determinación de las substancias nitrogenadas. — Están constituídas especialmente por albuminoides (caseína, albúmina) y en pequeñísima proporción por otras substancias (lecitina, ácido orótico). Pueden determinarse, ya conjuntamente, ya separadamente, deduciéndolas del nitrógeno determinado por el método de Kjeldhal-Ulsch (tomo I, pág. 166) y operando como sigue:

a) SUBSTANCIAS NITROGENADAS TOTALES.—Pésanse 20 gr de leche en el matracito en que se procederá luego al ataque con ácido sulfúrico y se evaporan a sequedad, manteniendo el matracito sumergido en agua hirviente; el residuo se trata luego con 20 cm³ de mezcla fosfosulfúrica en presencia de una gota de mercurio. Terminada la oxidación se determina el nitrógeno por el método usual: el nitrógeno hallado multiplicado por 6,37 da las substancias nitrogenadas totales contenidas en los 20 gr de leche.

b) CASEÍNA.—Dilúyense 20 gr de leche con 80 cm³ de una solución saturada de sulfato de magnesia, y la mezcla obtenida se satura completamente con sulfato de magnesia sólido; el precipitado que así se forma se recoge en un filtro y se lava 7 u 8 veces con la solución saturada de sulfato magnésico. Determínase el nitrógeno en el precipitado por el método de Kjeldhal y el nitrógeno hallado multiplicado por 6,37 da la caseína contenida en los 20 gr de leche.

c) ALBÚMINA.—Puede determinarse indirectamente, restando la caseína de las substancias nitrogenadas totales.

Los *Mèt. oficiales italianos* (1905) prescriben la determinación de las materias albuminoideas totales en la leche, evaporando 5-10 gr de leche en un matracito y tratando el residuo con 20 cm³ de la mezcla fosfosulfúrica y 1 gr de óxido de cobre. Terminada la oxidación se determina el nitrógeno por el método de Kjeldhal, y multiplicando por 6,37 se deducen las substancias albuminoideas.

7. Determinación de la lactosa.—Se procede del modo siguiente: pésanse 20 gr de leche en un matracito graduado, de 100 cm³, se diluyen con unos 60 cm³ de agua, se calienta en baño maría, se agregan 3 4 gotas de ácido acético concentrado, se agita y se calienta hasta separación de las substancias albuminoideas y de la grasa, que son arrastradas en la coagulación; déjase enfriar a 15°, se

añade agua hasta enrase, se agita y se filtra. En el líquido filtrado se determina la lactosa volumétricamente con el líquido de Fehling (5 cm^3 de solución cúprica y 5 de solución alcalina, diluídos con 40 cm^3 de agua) del modo descrito en el Cap. Azúcares, haciendo hervir durante 6 minutos.

La lactosa hidratada por ciento (l) se calcula por la fórmula:

$$l = \frac{6{,}76 \times 5}{n} = \frac{33{,}8}{n}$$

siendo n los centímetros cúbicos de solución azucarada empleados.

8. Determinación de las cenizas.—En cápsula de platino se evaporan al baño maría hasta sequedad 25 gr de leche y el residuo se carboniza cautamente a la llama directa; el carbón se agota primero con agua caliente, y después en la misma cápsula se encandece hasta completa combustión. Agrégase entonces el líquido obtenido por lixiviación, se evapora al baño maría, se deseca y se calcina hasta que quede completamente blanco; se pesa, y multiplicando por 4 el peso obtenido, se tienen las cenizas por ciento de la leche.

Procédese más rápidamente del siguiente modo: 10 gr de leche, adicionados de algunas gotas de ácido acético, se evaporan a sequedad, en una cápsula de platino; el residuo se incinera y se calcina al rojo obscuro. El peso de las cenizas, multiplicado por 10, da las cenizas por ciento de la leche.

9. Determinación de la acidez.—50 cm^3 de leche, adicionados de 2 cm^3 de solución alcohólica de fenolftaleína al 2 por 100, se valoran con solución de sosa $\frac{N}{4}$. Los centímetros cúbicos de sosa $\frac{N}{4}$ necesarios para neutralizar 100 cm^3 de leche, representan el grado de acidez de la leche.

Si se trata de leche coagulada, se filtra, se lava el coágulo con agua y se valora el líquido filtrado.

Si se desea expresar la acidez de la leche en ácido láctico, basta multiplicar los grados de acidez por 0,0225.

10. Investigaciones especiales.

a) PRUEBA DE LA REDUCTASA.—Sirve, entre ciertos límites, para indicar el grado de conservación y de pureza de la leche, usando una prueba química para substituir o completar el examen bacteriológico, siendo el poder reductor de la leche proporcional al número de microorganismos que contiene.

En un tubo de ensayo se vierten 40 cm^3 de leche y 1 cm^3 de solución de azul de metileno (sal clorhídrica de la leucobase del azul de metileno) obtenida diluyendo hasta 200 cm^3 con agua 5 cm^3 de la solución alcohólica concentrada de azul de metileno. El tubo de ensayo se mantiene en un baño maría a 38°-40°. Obsérvase el tiempo necesario para conseguir la decoloración, haciendo caso omiso de

cuando ocurre en la parte superior de la leche contenida en el tubo. A base de este tiempo se puede llegar a estas conclusiones:

1. *Leche muy mala*: si no conserva el color más de 20 minutos.
2. *Leche mala*: si conserva el color de 20 minutos a 2 horas.
3. *Leche mediocre*: si conserva el color de 2 a 5 ½ horas.
4. *Leche buena*: si conserva el color por más de 5 ½ horas.

b) Indice crioscópico.—Usase el aparato de Beckmann (fig. 5), generalmente empleado en los laboratorios para la determinación del punto de congelación de las soluciones. Consiste en una probeta provista de un agitador y de un termómetro exactísimo, dividido en $\frac{1}{100}$ de grado, en la cual se pone la leche en examen. Esta probeta está colocada a su vez en un manguito de aire y el conjunto en un recipiente provisto de agitador y de termómetro en el cual se pone una mezcla refrigerante (3-4 partes de hielo y 1 parte de sal).

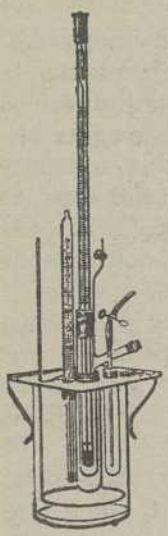


Fig. 5.

Para proceder al ensayo, se pone en la probeta la leche, previamente enfriada aproximadamente a 0°, en cantidad tal que sobrepase aproximadamente 1 cm del depósito del termómetro, se agita hasta que el termómetro deja de bajar y se lee la temperatura, la cual es algo inferior al punto de congelación. Sepárase el recipiente de la mezcla frigorífica, se calienta con la mano, hasta que la mayor parte de hielo formado quede fundido, y la temperatura haya subido en 5-6 centésimas, se repite el experimento, agitando continuamente, y se toma por punto de congelación el grado más bajo indicado por el termómetro esta segunda vez, aunque es más corriente considerar como punto de congelación no el grado más bajo alcanzado por el termómetro, sino la temperatura a la cual la columna termométrica queda por algún tiempo estacionaria, y que es un poco más elevada que el punto máximo de enfriamiento.

Hay que tener presente que el índice crioscópico se determina siempre sobre las leches frescas, porque ejercen influencia sobre él la acidez de la leche, su cocción, y la adición de substancias conservadoras o de substancias edulcorantes.

c) Constante Cornalba (*Suma de las materias solubles*).—Determínase el residuo seco de la leche evaporando 3 a 4 gr en baño maría y después en estufa de agua hasta peso constante (unas 4 horas): y se refiere a 100 de leche; de otra parte 20 cm^3 de leche, diluídos con 80 cm^3 de agua, se precipitan en frío con 1 cm^3 de ácido acético al 10 por 100. Al cabo de algunas horas se filtra por filtro tarado, se lava el precipitado con 100-150 cm^3 de agua y se pone a

secar en estufa hasta peso constante. El peso neto del precipitado, multiplicado por 5, que representa el conjunto de los componentes no disueltos de la leche, se resta del residuo seco y la diferencia representa el total de materias solubles.

d) DETERMINACIÓN DEL GRADO REFRACTOMÉTRICO DEL SUERO.—Se lleva a cabo del siguiente modo (1): Prepárase una solución de cloruro de calcio que tenga exactamente el peso específico de 1,1375 (correspondiente aproximadamente a 16 por 100 de $CaCl_2$) y que diluída 1 : 10 dé una refracción de 26° a la temperatura de 17°,5. En un tubo especial de vidrio delgado se ponen 30 cm^3 de leche y 0,25 cm^3 de dicha solución, se sacude fuertemente, y después de haber cerrado el tubo con un refrigerante adecuado, se introduce en un baño maría provisto de soportes apropiados, y mantenido en franca ebullición durante los 15 minutos que en él se deja el tubo. Transcurrido este tiempo se separa el tubo del baño maría y se sumerge en agua enfriada a unos 17°,5, dejándolo en ella el tiempo necesario para adquirir la misma temperatura; la pequeña cantidad de agua condensada en la parte superior del tubo o en el refrigerante se une al resto sacudiendo, girando y doblando con cuidado el tubo. Viértese luego todo en un vasito y, aun sin previa filtración, se examina el suero con un refractómetro de inmersión (por ejemplo, el de Zeiss), para determinar su índice de refracción.

11. Investigación de los conservativos y antisépticos.—Los más comunes se investigan del siguiente modo:

a) ACIDO SALICÍLICO.—Trátanse 100 cm^3 de leche con 100 cm^3 de agua caliente (a 60°), 8 gotas de ácido acético y 8 gotas de solución de nitrato mercurioso; se agita y se filtra; el filtrado se sacude con 50 cm^3 de una mezcla en partes iguales de éter etílico y éter de petróleo; sepárase el éter, evapórase, y en el residuo se busca el ácido salicílico disolviéndolo en un poco de agua y agregando algunas gotas de una solución diluída (0,05 por 100) de cloruro férrico recién preparada. Si existe ácido salicílico se obtiene una coloración violeta.

b) ACIDO BÓRICO Y BÓRAX.—Alcalinízanse 100 cm^3 de leche con solución de carbonato de sodio, se evaporan a sequedad y se incinera el residuo; humedécense las cenizas con ácido clorhídrico, y se ensayan con el papel de cúrcuma o de curcumina (V. Cap. Carnes). En presencia de compuestos de bórax se obtiene un color rosa.

c) BICARBONATO SÓDICO.—Reconócese por la reacción netamente alcalina de la leche, por la presencia decidida de fosfatos de sodio en la parte soluble de las cenizas de la leche, y por la manifiesta alcalinidad de la misma parte soluble. Además, si se adicionan a 100 cm^3 de leche, 5-10 cm^3 de solución de alizarina (0,2 gr en

(1) ACKERMANN: *Zeitschr. Unt. Nahr. Genussmittel*, 1907, I, pág. 186.

100 cm³ de alcohol de 90°) se obtiene, en presencia de carbonato o bicarbonato sódico, una evidentísima coloración rosa, mientras que la leche pura se tiñe de amarillento.

d) FORMALDEHIDO.—Pónense a destilar 100 cm³ de leche con 1 cm³ de ácido sulfúrico diluído 1 : 3, y sobre los primeros 20-25 cm³ destilados se ensayan las reacciones del formaldehido, a saber:

1. Unos 15 cm³ de destilado se tratan con 1 cm³ de solución acuosa de clorhidrato de fenilhidracina al 4 por 100; se agregan 3-4 gotas de una solución recentísima de nitroprusiato sódico al 0,5 por 100 y luego se alcaliniza el líquido con solución concentrada de sosa cáustica: en presencia de formaldehido aparece una coloración azul intensa, que con el tiempo, y especialmente por el caldeo, pasa al rojo.

2. A 10 cm³ del líquido destilado se adiciona una pequeña cantidad (aproximadamente 0,1 gr) de peptona y después una gota de solución de cloruro férrico al 5 por 100 y 10 cm³ de ácido sulfúrico concentrado, haciéndolos escurrir por las paredes del tubo de ensayo para que se formen dos estratos: en presencia del aldehido fórmico se forma un anillo azul-violáceo entre los dos líquidos.

e) FLUORUROS Y FLUOBORATOS.—Unos 200 cm³ de leche, adicionados de cal, se evaporan a sequedad y se incineran; las cenizas se tratan con agua acidulada con unos 5 por 100 de ácido acético, disolviendo así el borato de cal que podría existir, si se hubiesen agregado a la leche fluoboratos. En la solución acética se investiga el ácido bórico como se ha dicho anteriormente.

El residuo del tratamiento acético se incinera de nuevo junto con el filtro, y mezclado con sílice precipitada y con silicato de calcio, o aun con arena finamente pulverizada, se pone en un crisolito de platino: humedécese con un poco de ácido sulfúrico concentrado, cubriendo en seguida el crisol con una plaquita de vidrio cuya parte inferior lleva adherida una gota de agua. En el caso de contener las cenizas compuestos de flúor, se ve formar al poco tiempo, y sin necesidad de calentar, un depósito de sílice en los bordes de la gotita de agua.

También se puede buscar el ácido fluorhídrico en el residuo del tratamiento con ácido acético diluído, mediante el conocido procedimiento de grabado sobre vidrio.

f) ACIDO BENZOICO.—Evapóranse 200-500 cm³ de leche con algunas gotas de hidrato de bario o de calcio hasta reducirlos aproximadamente a 1/4; se agrega entonces sulfato de calcio en polvo y se evapora a sequedad. El residuo, finamente pulverizado, se humedece con un poco de ácido sulfúrico diluído y se extrae tres o cuatro veces con alcohol de 50°. Los extractos alcohólicos reunidos y neutralizados con hidrato de bario se evaporan hasta pequeño volumen, se acidulan con ácido sulfúrico diluído y se extraen con éter etílico;

evaporado este líquido, queda un residuo de ácido benzoico casi puro, que puede reconocerse transformándolo en aldehido benzoico o en ácido salicílico y luego con las reacciones características de estas substancias (V. Cap. Carnes, pág. 13).

g) AGUA OXIGENADA.—Esta substancia desaparece, descompuesta por la leche, en pocas horas; en consecuencia las reacciones sólo pueden dar resultados positivos si se ensayan poco tiempo después de haberse verificado la adición.

1. A 10 cm^3 de leche se agregan 3 gotas de una solución preparada con 1 gr de ácido vanádico, recién precipitado en 100 cm^3 de ácido sulfúrico diluído: si existe agua oxigenada aparece una coloración roja.

2. A 10 cm^3 de la leche en examen se agregan 15 cm^3 de leche cruda seguramente genuina y 3 gotas de solución acuosa al 2 por 100 de parafenilendiamina recién preparada: una coloración azul indicará la existencia de agua oxigenada. Esta reacción es sensibilísima.

12. Reconocimiento de la leche hervida (esterilizada) (1).—1. Se hace coagular la leche espontáneamente o por adición de ácido acético, se filtra y se calienta el líquido límpido filtrado: si se enturbia (por coagulación de albúmina), la leche no había sido hervida, o al menos, calentada por encima de 85°.

2. Se prepara una solución de 1 gr de parafenilendiamina en 50 cm^3 de agua y una solución de agua oxigenada al 1 por 100, diluída con un volumen de agua cinco veces mayor y acidulada con algunas gotas de ácido sulfúrico diluidísimo (1 cm^3 de ácido concentrado en 1 litro de agua). Trátanse 5-10 cm^3 de leche con una gota de la solución de agua oxigenada y 2 gotas de la solución de parafenilendiamina. Con leche cruda, o por lo menos no calentada por encima de 78°, aparece en seguida una coloración azul intensa. Con leche calentada a 78°-80° se tiene coloración verde-azulada al cabo de unos instantes. Con leche calentada a más de 80° o no aparece coloración o es ligeramente violácea.

3. Agrégase a un volumen de leche un volumen igual de una solución acuosa de guayacol al 1 por 100 y una gota de agua oxigenada; con la leche cruda aparece una coloración granate y la leche cocida no la da.

* * *

La *leche pura y sana* debe tener color, olor y sabor normales (n. 1): no ha de contener substancias extrañas ni antisépticos u otros agentes de conservación; además ha de estar exenta de microorganismos patógenos, reco-

(1) Según la *Ordenanza de policía veterinaria* italiana de 26 marzo 1901, la leche proveniente de animales afectados de aftas podrá ser transportada a las lecherías previo calentamiento a 55° C por media hora, y podrá ser utilizada para la fabricación de manteca y de queso. La misma podrá ser utilizada para la alimentación de los animales previa ebullición.

nocibles por el análisis bacteriológico y por la prueba de la reductasa (n. 10, *a*) (1).

Para apreciar las sofisticaciones más comunes, que consisten en:

1. adición de agua;
2. descremado;
3. adición de leche descremada;
4. adición de agua y descremado simultáneos;

hay que fundarse principalmente en las determinaciones del peso específico de la leche y del suero, de la grasa, del residuo magro, y en el caso en que de estas determinaciones surjan dudas sobre la genuinidad de la leche, especialmente por adición de agua, se puede proceder a la determinación del índice crioscópico, del grado refractométrico del suero y de la suma de las substancias disueltas.

Las *Oficinas de Higiene de diversos Municipios italianos* en general se basan, para apreciar la adición de agua que puede haber sufrido una leche, en el peso específico de la leche, en el contenido en grasa y en el tanto por ciento de residuo magro; algunos añaden también la determinación del peso específico del suero, y muy pocos la del índice crioscópico. En la tabla II figuran los datos adoptados por algunas de esas oficinas.

TABLA II.—**Datos límites para las leches genuinas italianas**

Municipio	P. esp. de la leche	P. esp. del suero	Residuo seco con grasa %	Grasa %	Residuo seco magro %
Ancona	1,029 - 1,034	1,027	12	3	—
Bolonia	1,0275	—	11,75	3	8,75
Brescia	—	—	12,50	3,50	9
Cagliari	1,029 - 1,033	—	12 - 12,5	2,50	—
Florencia	1,029 - 1,034	1,027	—	3	—
Génova	—	—	12	3	9
Livorno	1,028 - 1,033	1,026 - 1,027	12	2,90	—
Lodi	1,030 - 1,034	1,027	12,25	3,50	8,75
Milán	—	—	12,20	3,20	9
Nápoles	—	—	12	3	9
Palermo	1,029 - 1,034	1,027	—	3	—
Reggio Emilia (2)	1,031	—	12,25	3,25	9
Roma	1,029 - 1,034	1,027	12	3	9
Turín	—	—	12,50	3,50	9
Venecia	—	—	11,50	3	8,5
Verona	—	—	12,50	3,50	9

(1) El *Reg. General Sanitario* italiano de 3 de febrero de 1901 prohibe en su artículo 114 poner a la venta o suministrar: *a)* calostro; *b)* la leche de animales afectados de enfermedades en las mamas; *c)* la leche de animales afectados de enfermedades (fiebre aftosa, tuberculosis, viruela, hidrofobia, disentería) capaces de alterar la naturaleza de la leche; *d)* la leche de los animales alimentados con forrajes venenosos, alterados o capaces de dar a la leche mal olor o sabor, o bien tratados con substancias tóxicas de acción general; *e)* la leche azul, roja, amarga, viscosa, pútrida o con color, olor o sabor anormal; la leche que contenga evidentes vestigios de estiércol o suciedad; *f)* la leche agriada o que coagule con el ácido carbónico o con la ebullición; *g)* la leche a que se hayan agregado substancias extrañas para conservarla o corregir sus defectos (excepción hecha de la leche condensada, a la cual está permitido adicionar azúcar); *h)* la leche aguada o sofisticada.

(2) Índice crioscópico—0,55°.

En general se pueden admitir para la *leche pura* normal, los siguientes valores medios:

a)	*Peso específico a* 11°	= 1,0315
b)	*Grasa* %	= 3,50
c)	*Substancia seca* %	= 12,25
d)	*Residuo magro* %	= 8,90
e)	*Peso específico del suero a* 15°	= 1,027
f)	*Índice crioscópico*	=—0,555°
g)	*Materias solubles* %	= 6,15
h)	*Índice refractométrico del suero*	= 39°

Y además:

Cenizas %	= 0,7-0,8
Lactosa %	= 4,70
Substancias nitrogenadas %	= 3-4 (de ellas caseína 3, albúmina 0,5).

La *leche descremada* deberá contener de 1 a 1,5 por 100 de grasa, mientras que será *leche centrifugada* la que contenga menos de 1 por 100; pero en una y otra el residuo magro debe ser al menos 9 por 100 y el peso específico del suero 1,027.

Basándose en los límites expuestos se tiene que:

1. La *adición de agua* rebaja *a*, *b*, *c*, *d*, *e*, *g*, *h*; elévase *f* aproximándose a 0°.

2. El *descremado* o *la adición de leche magra* eleva *a*; rebaja *b*, *c*; pudiendo mantenerse inalterados *d*, *e*, *f*, *g*, *h*.

3. La *adición de agua* y *descremado* simultáneos rebajan *b*, *c*, *d*, *e*, *g*, *h*; elévase *f* acercándose a 0°; *a* puede mantenerse inalterado.

Naturalmente los límites señalados no son absolutos: pueden hallarse leches puras de composición algo anormal, pues la composición de las leches depende del período del amamantamiento, de la edad del animal, de la alimentación de éste, de la hora del ordeño (por ejemplo una vaca ordeñada tres veces al día, da por la tarde una leche más rica en grasa que por la mañana), etc.; por esto en algunos casos dudosos no se podrá apreciar la pureza de una leche más que después de la confrontación con una leche ordeñada de los mismos animales de que procedía la leche sospechosa, es decir, después de la llamada *Prueba de establo* (1).

La prueba de establo se debe llevar a cabo ordeñando las mismas vacas que han dado la leche sospechosa, en las mismas condiciones de tiempo y de modo, a ser posible a las 24 horas, y en ningún caso después de transcurridos 3 días del momento en que fué ordeñada la leche sospechosa.

Después de la prueba de establo se puede apreciar el grado de sofisticación de una leche por medio de las siguientes fórmulas, en las cuales:

a = agua adicionada en 100 partes de leche aguada

A = » » a 100 partes de leche pura.

s = grasa separada con el descremado, de 100 partes de leche pura.

r_1 = substancia seca exenta de grasa (residuo magro) por 100 de leche pura.

r_2 = substancia seca exenta de graso (residuo magro) por 100 de leche considerada adulterada.

---

(1) El *Reg. gen. sanitario* italiano, en el artículo 114 *h*, prescribe que se considere adicionada de agua la leche que contenga una cantidad de grasa y de residuo magro inferior a los límites establecidos por los reglamentos locales de higiene a base de muchas pruebas de establo.

g_1 = substancia grasa por 100 de leche pura.
g_2 = » » por 100 de leche considerada adulterada.
l = $100 - a$ = leche pura contenida en 100 partes de leche aguada.
q = cantidad de leche considerada adulterada.
p_1 = peso específico de la leche pura.
p_2 = » » de la leche considerada adulterada.

1. *Adición de agua.*

Las fórmulas de Herz permiten calcularla basándose en el residuo magro:

$$a = \frac{100\,(r_1 - r_2)}{r_1}$$

$$A = \frac{100\,(r_1 - r_2)}{r_2}$$

También se puede calcular a base de la substancia grasa:

$$a = 100\left(1 - \frac{g_2}{g_1}\right)$$

O basándose en los pesos específicos:

$$a = q\,\frac{p_1 - p_2}{p_1 - 1}$$

Esta última fórmula equivale a esta otra:

$$a = q\,\frac{d_1 - d_2}{d_1}$$

siendo d_1 y d_2 respectivamente para la leche pura y para la descremada, las milésimas del peso específico en más de la unidad, es decir, las indicaciones del lactodensímetro Quevenne.

2. *Descremado.*

Puede calcularse mediante la siguiente fórmula:

$$s = g_1 - g_2 + \frac{g_2\,(g_1 - g_2)}{100}$$

3. *Aguado y descremado.*

Calcúlase el descremado en la leche aguada con la fórmula siguiente:

$$s = g_1 - \frac{\left(100 - \frac{l g_1 - 100\,g_2}{l}\right)\left(g_1 - \frac{l g_1 - 100\,g_2}{l}\right)}{100}$$

LECHE CONSERVADA

Hállase en el comercio la leche conservada al natural, es decir, *pastorizada* o *esterilizada*, o bien *congelada*; la *condensada*, con o sin adición de azúcar, así como la *leche en panes* y la *leche en polvo*.

La *Leche pastorizada* o *esterilizada* se reconoce por las pruebas señaladas en Leche (pág. 41). Tiene la misma composición que la leche natural, y no debe contener substancias antisépticas u otros agentes de conservación.

Las *Leches condensadas* están casi siempre concentradas hasta $^1/_3$ de su volumen. Su composición es algo variable, según el grado de concentración y la adición de azúcar (V. más adelante). Los buenos productos deben presentarse con color ligeramente amarillento; no deben tener olor desagradable ni sabor caseoso; deben ser homogéneas, sin grumos de coágulo, ni gotas de grasa, ni separación de substancia cristalina (lactosa).

Las leches condensadas están generalmente contenidas en cajas soldadas; el análisis se lleva a cabo en seguida después de abierto el recipiente, porque el producto se altera fácilmente, en especial si no contiene o contiene poco azúcar: en ella tiene especial importancia la investigación de los antisépticos y otros agentes de conservación (V. Leche, n 11), de los metales pesados y el examen bacteriológico.

La *Leche en panes* y los *polvos de leche* están constituídos por leche reducida, por procedimientos especiales, al estado seco; en la primera es frecuente la adición de azúcar.

El análisis de estos productos comprende las mismas determinaciones indicadas para la leche natural y se aplican los mismos métodos allí expuestos, revolviendo bien el producto y diluyéndolo con agua para darle aproximadamente la dilución de la leche natural (aproximadamente 12 por 100 de substancia seca) (1): es además muy importante el examen bacteriológico.

Para los productos preparados con adición de azúcar, la determinación de la sacarosa y de los demás azúcares, es decir, de la lactosa, y a veces del azúcar invertido formado por inversión de la sacarosa, se procede según los siguientes métodos:

Determinación de los azúcares en las leches condensadas.— Abierto el bote que contiene la leche condensada, se revuelve perfectamente, para homogeneizarla, se pesan 40 gr en una cápsula (2) y se introducen en un matraz graduado de 200 cm^3, lavando la cápsula con agua hirviente. Dilúyese con más agua hirviente hasta unos 180 cm^3, caliéntase por algunos minutos al baño maría, se agregan 10-15 gotas de ácido acético concentrado, para coagular las substancias albuminoideas, se agita por algunos minutos, hasta que el coágulo se halle bien separado, y se enfría rápidamente. Agréganse 10 cm^3 de acetato básico de plomo, y al cabo de un cuarto de hora, 20 cm^3 de una solución saturada de sulfato sódico. Agrégase agua fría hasta enrase, y luego otros 4 cm^3 de agua para compensar

(1) Para la leche congelada, hay que tener presente que el análisis debe efectuarse sobre una muestra convenientemente tomada de toda la masa de la leche, sin lo cual los resultados podrían ser completamente erróneos.

(2) Para la leche en panes o en polvo bastan 20 gramos; mas hay que tenerlo en cuenta después en los cálculos, pues en el texto están expuestos para el caso de haber tomado 40 gr de substancia.

el volumen ocupado por el coágulo (1), se agita bien, se deja sedimentar, y por fin se filtra por filtro de pliegues.

El *líquido filtrado* sirve para practicar las diversas determinaciones, como se expone más adelante. Es decir, se determinan en él la polarización antes y después de la inversión, y además el poder reductor. De las dos polarizaciones se deduce la sacarosa según Clerget; luego se calcula también la sacarosa por el método de Girard, es decir, deduciéndola de la polarización hallada directamente, rebajada en la debida al azúcar reductor calculado como lactosa. Si los resultados obtenidos por los dos métodos son concordantes, no existe azúcar invertido, y se toma entonces como tanto por ciento de lactosa el deducido del poder reductor. En caso contrario, existe azúcar invertido, y entonces el tanto por ciento de sacarosa que hay que tomar es el hallado según Clerget, y la lactosa y el azúcar invertido se deducen, mediante un sistema de ecuaciones, de la polarización directa (rebajada en la debida a la sacarosa) y del poder reductor.

He aquí ahora el procedimiento que ha de seguirse en estas determinaciones y con los correspondientes cálculos.

1. Determinación de la sacarosa por inversión. — *a)* Dilúyense 50 cm³ del *líquido filtrado* hasta 100 cm³ (2) y se observan directamente en tubo de 20 cm, en el sacarímetro de escala Ventzke. La polarización leída se multiplica por 2, y así se obtiene P, es decir la polarización del líquido filtrado.

b) Otros 50 cm³ del *líquido filtrado* se vierten en un matracito de 100 cm³, se agregan 5 cm³ de ácido clorhídrico de $D = 1{,}10$, se calienta por ¼ de hora al baño maría a 68°-70° para invertir la saca-

(1) La cantidad de agua señalada representa el promedio de numerosas determinaciones realizadas sobre muchas muestras de leche condensada, y corresponde bastante bien a la realidad en la mayor parte de casos.

Cuando se trate de leches condensadas muy grasas (no descremadas) puede ser útil verificar el volumen ocupado por el coágulo. A este fin se tratan del modo antes señalado, en dos matraces de 200 cm³, respectivamente 40 y 20 gr de leche, agregando luego acetato de plomo y sulfato sódico del modo y en las cantidades señaladas, luego se llena hasta enrase, se agita y se filtra. Obsérvanse al sacarímetro, en tubos de 20 cm, las soluciones filtradas; sean a y b las polarizaciones respectivas de las soluciones de 40 gr y de 20 gr de leche. El volumen v de las substancias insolubles (coágulo) contenidas en 20 gr de leche vendrá dado por la fórmula:

$$v = 100\,\frac{a - 2b}{a - b}$$

Multiplicando v por 2 se obtienen los centímetros cúbicos de agua que hay que agregar a la solución de 40 gr de leche, diluída hasta 200 cm³, para compensar el volumen ocupado por el coágulo.

Si hay que analizar diversas muestras de leche del mismo tipo, se puede adoptar la corrección calculada del modo descrito.

(2) Las siguientes fórmulas son válidas usando recipientes graduados en centímetros cúbicos Mohr (V. Cap. Azúcares).

rosa, se enfría, se neutraliza con sosa cáustica al 30 por 100 (indicador fenolftaleína), se diluye hasta 100 cm³ y se observa en tubo de 20 cm al sacarímetro, observando exactamente la temperatura t del líquido. La polarización leída se multiplica por 2 y así se tiene P_1, o polarización del líquido primitivo después de la inversión.

La *sacarosa* por ciento S, contenida en la leche condensada, se obtiene por la fórmula de Clerget (1).

(I) $$S = 5\,\frac{26{,}048\,(P - P_1)}{142{,}66 - 0{,}5\,t}.$$

2. Determinación de la lactosa y de la sacarosa según Girard. — *a)* En una parte del *líquido filtrado* que ha servido para la observación directa al sacarímetro según 1, *a*, se determina la lactosa mediante el líquido de Fehling (50 cm³ diluídos con 200 cm³ de agua) haciendo hervir 6 minutos (2).

Si n es la dilución total sufrida por el líquido filtrado primitivo para obtener la solución empleada en la valoración Fehling, y si a es el número de centímetros cúbicos de la solución así diluída que han sido precisos para decolorar los 50 cm³ del licor Fehling, la *lactosa* (hidratada) L contenida en 100 gr de la leche analizada, vendrá dada por la fórmula:

(II) $$L = \frac{676\,n}{a}.$$

b) De la lactosa así hallada, se deduce la polarización a ella debida, dividiéndola por 0,3295 (gr de lactosa en 100 cm³ que dan 1° Ventzke). Restando esta polarización de la directa P del líquido primitivo (V. antes, n. 1 *a*) multiplicada por 5, resulta la polarización debida sólo a la sacarosa que existe; y de ésta se deduce la sacarosa, sabiendo que 1° Ventzke corresponde a 0,26048 gr de sacarosa en 100 cm³. Luego el tanto por ciento de sacarosa vendrá dado por esta fórmula (3):

(III) $$S = 0{,}26048\left(5\,P - \frac{L}{0{,}3295}\right)$$

3. Determinación de la lactosa y del azúcar invertido cuando existan una y otro.—Si existe azúcar invertido en canti-

---

(1) En esta fórmula no se tiene en cuenta la variación del poder rotatorio del azúcar invertido con la concentración; si se quisiera tenerla en cuenta, se procedería como se indica en el Cap. Azúcares.

(2) También se pueden emplear 10 cm³ del líquido de Fehling y 40 de agua, como se indica en el Cap. Azúcares (Métodos generales) y en Leche (n. 8), teniéndolo debidamente en cuenta en los cálculos; si a es el número de centímetros cúbicos de solución diluída necesarios para decolorar los 10 cm³ de líquido de Fehling empleados, se debería poner en la fórmula II en vez de a, $5a$.

(3) Pueden abreviarse los cálculos hasta aquí expuestos, sirviéndose de las tablas compiladas a este fin por N. Vaccaroni (*Annali Lab. chim. Gabelle*, t. VII, 1914, pág. 253).

dad sensible (lo cual sucede a veces si la leche no ha estado bien conservada), se determina ante todo la sacarosa por ciento según Clerget (V. antes, fórmula 1.ª); luego se calcula la polarización R debida a la lactosa y al azúcar invertido, restando de la polarización directa P del líquido primitivo (V. n. 1, *a*) multiplicada por 5, la debida a la sacarosa por ciento (la cual se obtiene multiplicando por 3,839 el tanto por ciento de sacarosa).

También se deduce de los datos de la valoración Fehling (n. 2, *a*) el numero F de centímetros cúbicos de líquido Fehling que serían reducidos por los azúcares reductores totales existentes en 100 gr de leche, mediante la fórmula (1):

$$F = \frac{25000\, n}{a}.$$

Esto sentado, se introducen esos datos en las ecuaciones:

$$3{,}035\, x - 1{,}191\, y = R$$
$$148\, x + 194\, y = F$$

en las cuales x es el tanto por ciento de *lactosa* e y el de *azúcar invertido*, y de las cuales resultan estas fórmulas:

(IV) $$x = \frac{194\, R + 1{,}191\, F}{765}$$

(V) $$y = \frac{3{,}035\, F - 148\, R}{765}$$

que permiten calcular los tantos por ciento buscados.

Ejemplo: 40 gr de leche condensada, disueltos en 204 cm³ después de agregar ácido acético, acetato de plomo, y sulfato de sodio, dan un líquido que filtrado y observado, una vez diluído hasta el duplo, al sacarímetro, da siguiendo las normas 1, *a*:

$$P = +37{,}6.$$

El líquido invertido, observado al sacarímetro según 1 *b*, da:

$$P_1 = -3; \qquad t = 12°{,}5.$$

En el resto de líquido que ha servido para determinar la polarización según 1, *a* (dilución $n = 2$), se verifica la valoración Fehling según 2, *a* y se obtiene:

$$a = 25{,}5 \text{ cm}^3.$$

Con estos datos se calcula:

La sacarosa, con la fórmula Clerget (I), introduciendo los valores de P y de P_1 y el de t. Así se tendrá:

$$S = \frac{26{,}048\,(+37{,}6+3)}{142{,}66 - 0{,}5 \times 12{,}5} \times 5 = 38{,}76\ \%$$

---

(1) Si en la valoración se han empleado 10 cm³ de licor de Fehling en vez de 50, se debe en la fórmula poner $5a$ en lugar de a.

La lactosa (si no se presume la presencia de azúcar invertido) con la fórmula II, introduciendo el valor de a; con lo que se tendrá:

$$L = \frac{676 \times 2}{4 \times 25,5} = 13,25\ \%$$

La sacarosa, según Girard, con la fórmula III, introduciendo el valor de P antes indicado y el de L hallado; es decir:

$$S = 0,26048 \left(5 \times 37,6 - \frac{13,25}{0,3295}\right) = 38,50\ \%$$

En cambio si se presume la presencia del azúcar invertido en cantidad sensible, se calculan la lactosa x y el azúcar invertido y con las fórmulas IV y V, substituyendo en ellas R y F por estos valores:

$$R = 37,6 \times 5 - 38,76 \times 3,839 = 39,2$$

$$F = \frac{25000 \times 2}{25,5} = 1960,8.$$

Introduciendo estos valores en las fórmulas dichas, se tendra:

$$x = \frac{194 \times 39,2 + 1,191 \times 1960,8}{765} = 12,99\ \%$$

$$y = \frac{3,035 \times 1960,8 - 148 \times 39,2}{765} = 0,20\ \%$$

La leche examinada contiene por lo tanto azúcar invertido, y así se explica que el método de Girard no diese para la lactosa y la sacarosa los mismos resultados que los otros métodos. En tal caso el valor que hay que admitir para la sacarosa es el determinado por la fórmula de Clerget y así resulta que la leche examinada contiene:

Sacarosa	= 38,76 %
Lactosa	= 12,99 %
Azúcar invertido	= 0,20 %

Ordinariamente en las leches bien preparadas no se halla azúcar invertido, o bien lo contienen en pequeñísima cantidad.

MANTECA

Grasa contenida en la leche, separada de los demás componentes, pero que todavía contiene incorporada cierta cantidad de líquido; es semipastosa, blanca o ligeramente amarillenta, con olor y sabor agradables, y se enrancia con facilidad.

Sofistícase principalmente con oleomargarina (1) y menos a menudo con otras grasas animales o vegetales (sebo, manteca de cacao, estearina de algodón, aceites); a veces se le incorporan también

(1) Véanse, a este respecto, los artículos Oleomargarina (tomo I, Substancias grasas) y Manteca artificial (tomo II, en este mismo Cap.).

notables cantidades de agua, o se le agregan conservativos (sal común, bórax o ácido bórico, ácido salicílico, formol, fluoruros o fluoboratos, etc.) o substancias colorantes; son mucho menos frecuentes las sofisticaciones groseras con yeso, creta, harina, glucosa, silicato de sosa y productos análogos.

Los reconocimientos y determinaciones más importantes que han de realizarse están descritos en los n. 1, 2, 3, 4, 11, 12, 15 y son los generalmente suficientes para apreciar si una manteca es genuina; pero si se desea proceder a un análisis más completo, se pueden practicar también los ensayos descritos en los demás números; adviértase además que mientras no se exprese lo contrario, los ensayos se harán sobre la grasa de manteca fundida y filtrada.

1. Determinación del número de los ácidos volátiles. — Por número de los ácidos volátiles (N. a. v.), también conocido con el nombre de Número o Indice de Reichert-Meissl (N. R. M.), se entiende el número de centímetros cúbicos de álcali $^1/_{10}$ normal necesarios para neutralizar los ácidos volátiles solubles en el agua obtenidos de 5 gr de grasa de manteca, previamente fundida y filtrada. Procédese siguiendo exactamente el método expuesto en el Capítulo Substancias grasas (tomo I, pág. 508).

Los métodos oficiales italianos (*dei Lab. del Min. di A. I. e C.*) (1905) indican el método Reichert-Meissl-Wolny con las modificaciones de Leffmann y Beam (V. las observaciones a propósito de este método en el Cap. Substancias grasas, del tomo I, pág. 508).

La grasa de manteca, por su notable contenido en glicéridos de ácidos volátiles, da un número de ácidos volátiles (N. a. v.) muy elevado, mientras que las demás grasas animales y también la mayor parte de aceites vegetales lo dan muy bajo, raramente superior a 1, exceptuado el aceite de coco que lo da aproximadamente de 7-9.

La presencia de ácido salicílico o de ácido benzoico en la manteca en proporción superior a la que puede ser normalmente usada como conservativa (1-2'por 100) eleva el índice de los ácidos volátiles (1).

2. Examen al butirorrefractómetro. — El butirorrefractómetro de Zeiss, cuya descripción figura a continuación (fig. 6), es una modificación del común refractómetro de Abbe, provista de sistema de calefacción por corriente de agua caliente que se hace circular alrededor de los prismas, entre los cuales está colocada la grasa que haya de examinarse, y de una escala especial micrométrica, colocada en el tubo que lleva el ocular, dividida en 100 partes, de las cuales el cero corresponde a un índice de refracción de 1,4220 y el ciento a un índice de 1,4895: estas partes constituyen los llamados *Grados refractométricos*. La escala puede correrse en el campo del aparato por medio de un tambor cuyo tornillo micrométrico permite apreciar las décimas de las divisiones de la escala.

---

(1) GRIMALDI: *Annali Laboratorio Centrale delle Gabelle*, Vol. VI, pág. 631.

Los prismas de este instrumento están acromatizados con objeto de que la línea límite de la reflexión total, es decir, la línea de separación entre el campo iluminado y el campo obscuro (que se observa mirando por el ocular del instrumento, en presencia de la substancia grasa) sea perfectamente limpia e incolora en el caso de la manteca. En cambio, con otras grasas, cuyo poder dispersivo difiere del de la manteca, el campo iluminado presenta franjas coloradas y la línea límite aparece azul cuando la dispersión es superior a la de la manteca, y roja cuando es inferior.

JUNTA DE INTERCAMBIO Y ADQ. LIBROS Y REVISTAS PARA BIBLIOTECAS

Para proceder a las observaciones, se abren los dos prismas adosados del aparato y se limpia cuidadosamente la superficie libre mediante una tela suave, ligeramente impregnada de alcohol y de éter. En seguida se deja caer en la superficie de uno de los prismas (inclinando el instrumento de manera que la superficie del prisma móvil quede horizontal) dos o tres gotas de la grasa fundida y filtrada; luego se vuelven a unir los prismas, y mediante un mecanismo especial se ajustan perfectamente. Hácese circular a su alrededor una corriente de agua a 35°, procedente de un recipiente que contenga por lo menos 10 litros, debidamente calentado. Entretanto se da al espejito situado en la base del instrumento una posición tal, que mirando a través del anteojo se vea bien distinta la línea de separación entre la mitad izquierda del campo, fuertemente iluminada, y la mitad obscura (línea de extinción).

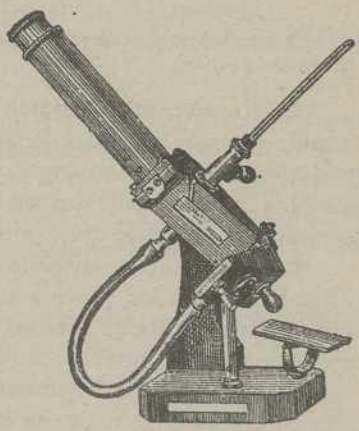


Fig. 6.

Además hay que asegurarse de que la grasa fundida llena regular y enteramente el delgado espacio que separa los dos prismas, lo que se hace examinando con la lente o a simple vista la pequeña imagen rectangular de la superficie del prisma, que aparece a 1 cm aproximadamente por encima del ocular.

Obsérvase por fin, a través del ocular, la línea de extinción, la cual al principio está mal definida, pero cuando el aparato ha adquirido la temperatura constante de 35° y se mantiene por algunos minutos, aparece bien fija y limpia. Entonces se lee la división de la escala con la cual coincide la línea de extinción, y se observa si ésta es incolora o colorada. La división así leída es el *grado refractométrico*.

Antes de proceder al examen de la manteca, o al menos de vez en cuando, es necesario comprobar la exactitud de la escala, poniendo entre los dos prismas tres o cuatro gotas del *líquido normal*, unido a

todo aparato junto con la indicación de la refracción que a las distintas temperaturas dicho líquido normal debe dar.

Si la temperatura de observación no fuese de 35° se puede, entre límites de pocos grados, hacer una corrección, teniendo presente que esa corrección ha de ser de 0,55 por cada grado de temperatura, y debe sumarse al índice leído cuando la temperatura a que se ha realizado la observación es superior a la requerida, y debe restarse cuando es menor; por ejemplo, una manteca que a la temperatura de 60° indica un grado refractométrico de 44, a la temperatura de 35° indicará:

$$44 + (0{,}55 \times 5) = 46{,}75.$$

El uso del butirorrefractómetro está prescrito en los Métodos Oficiales italianos de 1905.

3. Examen microscópico a la luz polarizada.—Se practica con un microscopio provisto de aparato polarizador, y adaptando sobre el diafragma del microscopio, y por lo tanto debajo de la preparación, una laminilla de selenita de $^1/_5$ de milímetro aproximadamente de espesor. El aumento debe ser de 150-170 diámetros.

Primeramente se dispone el prisma analizador perpendicular al prisma polarizador, de manera que el campo aparezca teñido de verde; luego se da un giro de 90° al analizador, y entonces el campo aparece de color rosado con tendencia al violeta.

La preparación se obtiene aplastando entre dos portaobjetos una porcioncilla de manteca no mayor que un guisante, operando de modo que las láminas queden transparentes por la interposición de la grasa. Luego se observa al microscopio dispuesto en la antedicha forma para tener el campo rosado.

Con la manteca pura, que no haya sido previamente fundida, no se observa cambio alguno en el tinte, apareciendo tan sólo granulaciones más obscuras sobre el fondo rosado. La manteca salada se comporta del mismo modo; solamente, cuando pasa por el campo del microscopio algún cristalito de sal, en correspondencia con él la luz es más viva, pero la coloración no cambia.

Con la manteca fundida se observa un campo sembrado de grupos irregulares o radiados, brillantes, iridiscentes, reflejando todos los colores del espectro, con predominio del amarillo, del verde y del azul.

La oleomargarina se comporta como la manteca fundida.

Con las mezclas de manteca y margarina se observa un campo pardo sembrado de puntos brillantes diversamente colorados, que son tanto más numerosos cuanto mayor es la cantidad de margarina mezclada con la manteca.

Los *Métodos Oficiales italianos* (1905) prescriben este ensayo.

4. **Peso específico.**—Determínase a 100° siguiendo los procedimientos expuestos en el Cap. Substancias grasas, pág. 499, tomo I.

5. **Determinación del agua.**—Pésanse 5-10 gr de manteca en una cápsula de porcelana o de platino y se mantienen en estufa a 100°-105° por seis horas. La cápsula, dejada enfriar en un desecador, se pesa, y la diferencia de los dos pesos, referida a 100, expresa la cantidad de agua por ciento de manteca.

Este método está prescrito por los Métodos oficiales italianos (1905).

6. **Determinación de las cenizas.**—En una cápsula de porcelana o de platino se incineran 10 gr de manteca con cautela y a baja temperatura; una vez frías se pesan las cenizas obtenidas, y el peso, multiplicado por 10, dará las cenizas por ciento de manteca.

Puédese, con el mismo objeto, incinerar el residuo de la determinación del agua (n. 5).

Este procedimiento está señalado entre los *Métodos oficiales italianos* (1905). Pero en estos métodos, la determinación de las cenizas va precedida de la determinación de la *materia no grasa* privada de agua. Para ello se trata el residuo de la determinación del agua (n. 5) con alcohol absoluto y éter y se recoge el residuo sobre filtro tarado: se deseca y pesa el filtro con su contenido y así se obtiene la *no grasa*; que incinerada junto con el filtro da el peso de las cenizas.

7. **Determinación del cloruro de sodio.**—Las cenizas pesadas se disuelven en agua, se diluye hasta un volumen conocido, se filtra y sobre una parte alícuota del filtrado se determina el cloro, ya volumétricamente, ya ponderalmente. De la cantidad de cloro se deduce la de cloruro de sodio.

Fig. 7.

Este procedimiento está indicado en los *Métodos oficiales italianos* (1905).

8. **Determinación de la grasa.**

a) Mediante el acidobutirómetro Gerber.—Úsase en este caso el acidobutirómetro de dos aberturas (fig. 7), cuyo tapón inferior sostiene un vasito en el cual se pesan 4-5 gr de manteca bien remezclada. Ciérrase la pequeña abertura del butirómetro, vuélvese boca abajo y por la abertura mayor se introducen 10 cm³ de ácido sulfúrico de densidad 1,820-1,825 a 15° (como para la leche), y luego 10 cm³ de agua destilada y 1 cm³ de alcohol amílico, y se cierra la abertura mayor con el tapón grande que lleva el vasito, de manera que éste quede dentro del butirómetro. Sumérgese el aparato en un baño maría a 50°-55°, aguárdase a que la manteca esté fundida y se agita lentamente para disolver el residuo lechoso; repuesto el aparato en el baño maría por algunos minutos, se centrifuga, se pasa otra vez al baño a 65° y se procede a la lectura.

El tanto por ciento de grasa (G) se deduce por la siguiente fórmula:

$$G = \frac{5 \times n}{p} - 0{,}5$$

en la cual n es el número de las líneas leídas en el butirómetro, p la cantidad de manteca pesada, y la constante 0,5 representa un error medio en más que debe restarse.

b) Por extracción directa.—10 gr de manteca, mezclados con pómez y desecados, se agotan con éter anhidro en aparato extractor por unas 12 horas o directamente en caliente, decantando la solución etérea sobre un filtro de pliegues y en un matracito tarado, lavando bien el filtro con éter, que se recogerá en el mismo matracito. La solución etérea se destila a baja temperatura y el matracito con la grasa residuo se mantiene en estufa de agua hasta que su peso deja de disminuir. Repesando entonces el matracito y multiplicando por 10 resulta la grasa contenida en 100 gr de manteca.

Los *Métodos oficiales italianos* (1905) prescriben ambas operaciones según los procedimientos descritos.

La grasa de la manteca se puede determinar también *por vía indirecta*, restando de 100 de manteca, el agua (n. 5) y la no grasa (n. 6), pero con menor exactitud que por los métodos precedentes.

9. Determinación del Número de saponificación.—Determínase sobre la grasa de la manteca del modo expuesto en el Cap. Substancias grasas (tomo I, pág. 505).

10. Determinación del Número de yodo.—Determínase sobre la grasa de la manteca del modo indicado en el Cap. Substancias grasas (tomo I, pág. 510).

11. Rebusca de los conservativos y antisépticos.—Los más comunes se descubren del siguiente modo:

a) Ácido bórico y boratos.—Procédese como se expuso para la leche (V. Leche, n. 11 *a*) incinerando 10 gr de manteca.

Si se desea efectuar una determinación cuantitativa, se carbonizan 10-20 gr de manteca en presencia de carbonato sódico; se disuelve en agua el residuo de la carbonización, se diluye hasta determinado volumen y se procede como se ha señalado en Carnes (Cap. I, pág. 10).

b) Ácido salicílico y salicilatos.—Unos 20 gr de manteca se agitan bien, en caliente, con una solución al 10 por 100 de bicarbonato sódico; sepárase el líquido acuoso, se acidifica con ácido sulfúrico diluído y se extrae con una mezcla en partes iguales de éter etílico y de éter de petróleo; sepárase el éter, evapórase y en el residuo se busca el ácido salicílico como se ha indicado en este mismo capítulo, en el artículo Leche, n 11, *a*.

c) Ácido benzoico, formaldehido, fluoruros, fluoboratos.

—Revélanse usando los métodos indicados a tal fin para la leche, operando ya sobre la manteca directamente, ya sobre el líquido acuoso que se separa de ella por fusión (Leche, n. 11).

12. Rebusca de substancias extrañas varias.—Hiérvense con agua 10-20 gr de manteca, fíltrase el líquido acuoso y en él se ensaya, por los métodos analíticos ordinarios, la presencia de alumbre, de bórax, de silicato sódico, de azúcar, de glucosa.

Otros 10-20 gr de manteca se tratan con éter y se filtra; lávase con éter la parte insoluble; si ésta es muy abundante, se examina al microscopio para descubrir el almidón, y con los métodos analíticos ordinarios se buscan el yeso, la creta, etc.

13. Rebusca de las materias colorantes.—La coloración de la manteca es tolerada en Italia, con tal no se empleen colorantes prohibidos, como el Amarillo Martius, el Amarillo Victoria y el Amarillo metanilo. Usanse ordinariamente el achiote, el azafrán, la cúrcuma, rara vez la zanahoria; pero también se emplean colores de alquitrán (Amarillo anilina, Amarillo manteca).

La manteca natural, disuelta en éter de petróleo o tratada en caliente con alcohol etílico o metílico, da soluciones apenas teñidas de color pajizo claro; la teñida artificialmente da en cambio una solución más o menos amarilla.

Para reconocer la substancia colorante agregada (1) se hierven con reflujo 15-20 gr de manteca con unos 40 cm^3 de alcohol metílico; déjase enfriar bien (mejor en hielo), fíltrase y sobre el residuo de algunas gotas de la solución alcohólica evaporadas en capsulitas de porcelana, se agrega gota a gota, haciéndolo escurrir por las paredes, ácido sulfúrico, nítrico o clorhídrico concentrados, observando el color que aparece.

El modo de comportarse el residuo obtenido de la manteca pura y de la manteca teñida con diversos colorantes está expuesto en la tabla III (pág. 56).

Un procedimiento análogo está indicado en los *Mét. ofic. italianos.*

14. Reconocimiento de los aceites vegetales.—Para reconocer si una manteca está sofisticada con aceites vegetales o más propiamente con sucedáneos contenidos en los aceites vegetales, se pueden ensayar las habituales reacciones cromáticas, especialmente las que sirven para caracterizar los aceites de sésamo (Reacción de Villavecchia y Fabris), de algodón (Reacc. Halphen), y de cacahuete, que están descritas en los artículos de los diversos aceites (Cap. Substancias grasas). También se puede investigar la fitosterina como se ha indicado en el Cap. Substancias grasas, Grasa de cerdo, pág. 568 tomo I.

(1) A. Bianchi: Sulla ricerca, nel burro, di materie coloranti estranee *(Ann. di Chim. Appl.* V, 1916, pág. 1).

TABLA III.

Reacciones distintivas de las substancias colorantes para la manteca

SUBSTANCIA	Ácido sulfúrico conc.	Ácido nítrico conc.	Ácido clorhídrico conc.
Manteca sola	Gradualmente rosado hasta carmesí	El residuo amarillo adquiere un tono amarillo pardo	De momento, nada; a veces, por el reposo, ligero color rojo.
Manteca con achiote	Verde, azul y lentamente violáceo	Azul fugaz, que pasa al verdoso claro y luego incoloro	El residuo amarillo toma un matiz anaranjado.
Manteca con cúrcuma (1)	Rojo violáceo	Rojo violáceo bastante fugaz	Rojo violáceo; evaporado el ácido, color pardusco que se vuelve violeta por adición de ácido.
Mant. con azafrán	Azul obscuro, que se vuelve rápidamente rojo violáceo y luego rojo pardo	Azul, que pasa en seguida al verde y luego al rojizo	El residuo toma solamente un matiz más pardo.
Manteca con zanahoria	Pardo-violáceo, hasta púrpura, que gradualmente se vuelve violáceo y pardo	Amarillo obscuro y después amarillo claro	Ligeramente pardo.
Mant. con amarillo Martius	Amarillo que pasa al rojizo	Amarillo con separación de gotitas rojizas	Amarillo, y después precipitado amarillo que se vuelve anaranjado con amoníaco.
Mant. con amarillo Victoria	Color pardo, que se vuelve amarillo de canario con amoníaco	Como con el ácido sulfúrico	Se decolora, pero reaparece el amarillo por adición de amoníaco
Mant. con amarillo metanilo	Rojo carmesí (2)	Rojo carmesí, que pasa en seguida al rojo violáceo	Rojo carmesí.
Mant. con amarillo anilina	No cambia	No cambia	No cambia.
Mant. con amarillo Sudán	Rojo carmesí más o menos intenso (3)	Rojo carmesí	Rosa.
Mant. con amarillo manteca (dimetilamidoazobenzol)	Rojo que pasa inmediatamente a amarillo y se vuelve rojo diluyendo con agua	Rojo carmesí	Rojo carmesí.

(1) Con amoníaco el residuo da coloracion pardo-rojiza; evaporando el amoníaco, residuo amarillo obscuro, que con ácido clorhídrico se vuelve violeta.

(2) Rojo carmesí aun empleando los ácidos muy diluídos.

(3) Color rojo usando los diversos ácidos diluídos.

15. Reconocimiento de la manteca de coco.—Síguese el método de Polenske, según el cual se determinan los centímetros cúbicos de álcali decinormal necesarios para la neutralización de los ácidos volátiles insolubles (*Número de Polenske, Número de los ácidos volátiles insolubles, Nuevo número de la manteca*). Esta determinación se puede hacer directa o indirectamente del siguiente modo:

a) DIRECTAMENTE.—Sobre 5 gr de grasa de la manteca se procede a la separación de los ácidos volátiles, como se ha indicado para la determinación del N. a. v. (tomo I, pág. 507), pero haciendo de modo que la destilación marche más rápida, para obtener los 110 cm^3 de destilado en unos 20 minutos, y que el líquido destilado tenga una temperatura de unos 20°-23°. El matracito con los 110 cm^3 exactos de destilado se sumerge por unos 15 minutos en agua fría y luego se filtra con filtro de 8 cm de diámetro.

El filtrado sirve, como de ordinario, para la determinación de los ácidos solubles, mientras que los ácidos volátiles insolubles, recogidos en un filtro (si son líquidos es probable la existencia de manteca de coco), se lavan por tres veces con 15 cm^3 de agua destilada, con la cual cada vez se lavará primero el tubo del refrigerante y matraz. Ordinariamente bastan estas tres lociones para arrastrar todos los ácidos volátiles solubles; puede comprobarse demostrando que los últimos 10 cm^3 del agua de loción son neutralizados por una gota de álcali $\frac{N}{10}$: en caso contrario se procede a una cuarta loción.

Hecho esto, se repite también por tres veces el lavado del refrigerante y del filtro con 15 cm^3 cada vez de alcohol al 90 por 100, y la solución alcohólica de los ácidos grasos insolubles, recogida en el matracito, se valora con álcali $\frac{N}{10}$, empleando como indicador la fenolftaleína: los centímetros cúbicos de álcali, necesarios para la neutralización, representan el número de los ácidos volátiles insolubles (N. a. v. i.).

b) INDIRECTAMENTE.—El número de los ácidos volátiles (N. a. v.) está en cierta correspondencia con el de los ácidos volátiles insolubles (N. a. v. i.), y por esto, conocido ya el primero, se puede calcular el segundo por la fórmula:

$$(\text{N. a. v. i.}) = \frac{(\text{N. a. v.}) \times 7}{10}$$

si el N. a. v. es inferior a 27; y por la fórmula

$$(\text{N. a. v. i.}) = \frac{(\text{N. a. v.}) \times 5}{10}$$

si el N. a. v. es superior a 27.

La siguiente tabla da calculada esa correlación para las mantecas genuinas:

N. a. v.	N. a. v. i.	
	Límites extremos normales	Máximo tolerable
20-21	1,3-1,4	1,9
21-22	1,4-1,5	2,0
22-23	1,5-1,6	2,1
23-24	1,6-1,7	2,2
24-25	1,7-1,8	2,3
25-26	1,8-1,9	2,4
26-27	1,9-2,0	2,5
27-28	2,0-2,2	2,7
28-29	2,2-2,5	3,0
29-30	2.5-3,0	3.5

La adición de manteca de coco a la manteca eleva el N. a. v. i. en la proporción

Por ciento de manteca de coco agregado	Aumento medio del N. a. v. i.
10	1,00 (0,8-1,2)
15	1,80 (1,4-1,8)
20	1,90 (1,9-2,2)

En los Métodos oficiales italianos (*dei Lab. del Min. di A. I. e C.* 1905) se señala, para este reconocimiento, el uso del método Müntz y Coudon, basado en la diferente relación que existe entre los ácidos volátiles solubles e insolubles, calculados en ácido butírico, en la manteca de coco y en la manteca; esa relación sería:

$$\frac{\text{Ácidos insolubles}}{\text{Ácidos solubles}} \times 100 = 10\text{-}15 \text{ (Manteca)}; \ 250\text{-}280 \text{ (Manteca de coco)}.$$

* * *

Variando la composición de las *mantecas naturales* según la región, la raza, el individuo, el régimen alimenticio y otras causas, es difícil señalar para ella valores medios o límites absolutos, y es preciso referir los datos hallados a los de las mantecas genuinas de la misma región y época; de no conocer el origen, es posible dar una respuesta decisiva en algunas determinaciones (tanto por ciento de grasa, de agua, de cenizas, peso específico, índice de refracción), pero hay que andar con cautela en afirmar la existencia de una sofisticación si los datos obtenidos no llegan a disipar la duda o ésta no es eliminada por el éxito afirmativo o concordante de las pruebas. Por otra parte hay que tener presente que la manteca de composición anormal es una excepción, debida, en general, a malas condiciones del animal por desnutrición o por enfermedad (1).

(1) El *Reg. de Sanidad pública* italiano de 3 de febrero de 1901 prohibe, en su artículo 107 *b*, vender, retener para vender o suministrar a los propios dependientes, derivados de la leche proveniente de animales atacados de las enfermedades mencionadas en el art. 114 (V. Leche, Nota de la pág. 42).

La manteca funde a 30°-40° dando un líquido aceitoso, amarillo, llamado *grasa de manteca*, superpuesto a un poco de líquido acuoso, turbio, con algunos coágulos de substancias albuminoideas: con los disolventes ordinarios (éter, benzol, etc.), da soluciones turbias; con los reactivos ordinarios de los aceites no da reacciones cromáticas sensibles, a no ser que esté rancia. Está constituída por la grasa de manteca y cierta cantidad de substancias no grasas (agua, albuminoides, azúcar de leche, sales) que puede llegar a 15-16 por 100 de la manteca, pero que en las buenas mantecas forma aproximadamente 12 por 100.

Los caracteres físicos y químicos de la grasa de manteca oscilan generalmente entre los siguientes límites:

Densidad a 98°-100°	= 0,865-0,868
Punto de fusión	= 28°-36°
» » *solidificación*	= 19°-23°
» » *fusión de los ácidos grasos insolubles.*	= 38°-45°
» » *solidificación*	= 33°-38°

Número de acidez: la manteca fresca contiene pequeñísima cantidad de ácidos libres (menos de 0,5 por 100), pero como se enrancia con facilidad, en breve tiempo pasa a tener una acidez más elevada.

Número de saponificación = 220-232; un número de saponificación muy bajo puede indicar la presencia de otras substancias grasas, cuyo *N. S.* es en general de unos 195-200; un número muy alto puede indicar la presencia de manteca de coco, cuyo *N. S.* es, en general, de 250-265.

Número de yodo=26-40.

Número de los ácidos fijos (Hehner)=85-91.

Número de los ácidos volátiles (Reichert) = 25-30, excepcionalmente hasta 33. La manteca de coco tiene de 7 a 9; los aceites vegetales y las grasas animales alrededor de 1 ó muy poco más.

Número de los ácidos volátiles insolubles (Polenske)=2,20-3,00 (V. a este respecto, la tabla del n. 15).

Índice de refracción=41-45 (a 40°); 44,5-46,5 (a 35°) y a veces hasta 47,5.

El *Reglamento* italiano *para la aplicación de la ley n.* 356 *de* 1894 contra los fraudes en el comercio de las mantecas establece cuáles son las consecuencias deducibles de algunas de las investigaciones expuestas. Así por lo que se refiere al *N. de a. v.* indica que se deberán considerar: *genuinas* las mantecas cuya grasa tenga un título no inferior a 26 cm^3 de álcali decinormal, cuando otras observaciones no den resultados contrarios; *sofisticadas* aquellas cuyo título sea inferior a 20; *sospechosas* aquellas cuyo título esté comprendido entre 20 y 26 y cuando otros datos (edad de la manteca, época del año, etc.) no permitan decidir. En tal caso una buena prueba para apreciar la genuinidad de una manteca sospechosa, puede ser la *prueba de establo* (V. Leche, pág. 43) si hay posibilidad de verificarla, y especialmente, cuando se tenga noticia segura de la procedencia de la manteca.

Por la *prueba refractométrica* (n. 2) deben considerarse *sofisticadas* las mantecas que al butirorrefractómetro den un índice superior a 48 a la temperatura de 35°. Y también por el *examen a la luz polarizada* (n. 3) se prescribe que se consideren *sofisticadas* las mantecas de reciente preparación que presenten estructura cristalina; para las mantecas de cuya

reciente preparación no se esté seguro, la estructura cristalina las hará *sospechosas*. Por fin, por lo que se refiere al *peso específico*, se tendrán por *sofisticadas* las mantecas para las que resulte, a la temperatura del agua hirviente, inferior a 0,865 referido al agua a 15°.

La composición media de la manteca viene a ser la siguiente:

TABLA IV

Composición media de la manteca

Clase	Agua	Grasa	Albuminoides	Lactosa y ácido láctico	Cenizas
Buena. . .	12,20	87,00	0,30	0,40	0,10
Mediocre.	16,00	82,75	0,53	0,60	0,12

MANTECA DE SUERO

Además de la manteca de crema, descrita hasta aquí, hállase en el comercio la *Manteca de suero*, producto de inferior calidad, obtenido del suero residuario de la elaboración de los quesos, mediante el descremado ya por desnate espontáneo, ya mecánicamente. Reconócese este producto especialmente por su escaso residuo seco magro, que difícilmente llega a 0,5 por 100.

Si el descremado se obtiene, por el contrario, separando la crema por cocción del suero acidificado se obtiene otra manteca de suero, llamada Manteca de recocido. En ésta el tanto por ciento de residuo seco magro se eleva a 2 por 100 por la fuerte proporción de albuminoides que contiene. Según Fascetti, la manteca recocida se puede reconocer muy bien del siguiente modo: se prepara una solución alcohólica de rocellina (0,5 gr en 150 cm^3 de alcohol de 65°) y se incorpora gota a gota a 2 gramos de manteca de manera que la pasta tome una coloración rosada homogénea. Entonces se procede al examen microscópico: la manteca fresca y de crema aparece incolora; la de recocido presenta manchas vivamente teñidas de rosa, debidas a los copos de albúmina que fijan intensamente el colorante.

Este ensayo es válido siempre que la manteca no haya estado purgada, mediante lavados, de los residuos albuminosos derivados del producto con que ha sido preparada.

MANTECA ARTIFICIAL

La manteca artificial se obtiene comúnmente emulsionando la oleomargarina con leche magra, y a menudo agregando, en proporciones varias, aceites vegetales (sésamo, cacahuete, algodón), grasas animales (sebo prensado, «premier-jus», manteca de cerdo neutra),

substancias aromáticas (éter butírico, cumarina), a veces tambien caseína, lactosa, yema de huevo; y a veces también se tiñe artificialmente (achiote colores de alquitrán), aunque la coloración de la manteca artificial no está permitida (1).

Conócese en el comercio con diversos nombres (*margarina*, *butirina*, *butirol*, etc.), tiene el aspecto y la consistencia de la manteca de vaca y caracteres organolépticos agradables, mas con cierta práctica, bastante fácilmente distinguibles de los de la verdadera manteca.

Las constantes físicas y químicas de esta manteca, fundida y filtrada, dependen naturalmente de las substancias grasas empleadas en su preparación; para su análisis, se siguen los métodos indicados para los distintos aceites y grasas (V. Cap. Substancias grasas, tomo I), y para distinguirla de la verdadera manteca de vaca sirven las determinaciones expuestas para la manteca. También con los métodos allí indicados se descubren las diversas substancias extrañas (harina, substancias minerales), los agentes de conservación (ácido salicílico, bórico, etc.) y las materias colorantes.

Para distinguir la verdadera manteca de margarina de la oleomargarina sin preparar, basta calentar una porción en un tubo de ensayo la primera da un líquido turbio, de manera parecida a la manteca natural, y en cambio la oleomargarina da un líquido perfectamente límpido. Además si se calienta la oleomargarina por algunas horas a 100°-105° no pierde sensiblemente de peso, mientras que la manteca de margarina pierde de 10 a 16 por 100.

En otras mantecas artificiales la oleomargarina está substituída, en todo o en parte, por manteca de coco; mas también para su análisis sirven los métodos generales de análisis de las substancias grasas (tomo I) y los especiales descritos para la manteca.

QUESO

Está formado por substancias nitrogenadas (caseína, albúmina) y grasas contenidas en la leche, separadas mediante coagulación (con cuajo o por acidificación), las cuales, merced a especiales fermentaciones que se producen durante la *maduración* del queso, dan origen a materias albuminoides solubles (albumosas, peptonas, etc.), a amidas (ácido fenilamidopropiónico, tirosina, leucina), a productos amoniacales, a ácidos grasos (láctico, propiónico, caproico, etc.). El queso contiene además agua y sales minerales, entre ellas el cloruro sódico agregado para la saladura.

El queso puede ser de *pasta dura* (caseína sólida, reacción alca-

(1) La fabricación y la venta de la manteca artificial en Italia están regidas por la Ley n.° 356 de 19 de julio de 1894 y el correspondiente Reg. del 10 de septiembre de 1895.

lina, corteza sin mohos. maduración simultánea en toda la masa), o de *pasta blanda* (caseína fluidificada, reacción generalmente ácida, corteza a menudo con mohos, maduración progresiva de la periferia al centro).

El análisis del queso comprende esencialmente el examen de los caracteres organolépticos; las determinaciones cuantitativas de los principales componentes, a saber: agua, substancias nitrogenadas, grasa, cenizas; la investigación de metales pesados o de otras substancias extrañas, para asegurarse de que el queso no está alterado o no sea nocivo; el reconocimiento de la naturaleza de la grasa en él contenida, para descubrir el origen del queso (puro, margarinado, con manteca de coco) (1). Tales determinaciones y reconocimientos se describen en los siguientes párrafos.

Toma de la muestra.—La muestra para examinar se toma con la sonda o barreno que se hace pasar de parte a parte de los panes, si éstos son grandes; o empleando todo el pan, y aun más de uno, si son pequeños, limpiando antes la corteza de todo unto, suciedad, o coloración artificial. Las muestras de queso de pasta dura se reducen a polvo rascándolas; las de pasta blanda se amasan en un mortero.

1. **Caracteres organolépticos.**—Obsérvase si el queso entero, golpeado con los nudillos o con un martillo sobre la corteza da un sonido marcado, claro (queso sano) o un sonido discontinuo (ojos, exfoliaciones, hendeduras). Obsérvase luego el interior de la masa, para ver si la pasta es homogénea, y en los quesos con ojos, si éstos son uniformes; si el olor es agradable, picante (en los quesos sanos) o desagradable (en los quesos alterados); si el sabor es el normal y característico de los diversos quesos; si el color es homogéneo o si presenta manchas rojas, negras, azuladas.

2. **Determinación del agua.**—5 gr de queso se amasan con 20 gr de arena gruesa calcinada, y el conjunto se deseca, primero al vacío sobre ácido sulfúrico, y después en estufa a 100° hasta peso constante. Para los quesos de pasta dura no es necesaria la adición de arena. La pérdida de peso corresponde al agua.

Débese observar que junto con el agua pueden también desprenderse otras substancias volátiles, como amoníaco y otros productos de descomposición a veces contenidos en el queso, pero tales productos están generalmente presentes en tan pequeña cantidad que pueden despreciarse (2).

3. **Determinación de la grasa.**—Se puede proceder volumétricamente o ponderalmente.

a) VOLUMÉTRICAMENTE. — Síguese el método del acidobutirómetro de Gerber, con las modificaciones de Siegfeld. Pésanse en un

---

(1) Además de las determinaciones y reconocimientos señalados se sobreentiende que es conveniente proceder a un examen bacteriológico.

(2) Si el queso contiene cantidades evaluables de amoníaco, se determinará esta substancia aparte, y se restará su peso de la pérdida de peso a 100°.

matracito 2,5 gr de queso, se agregan 10 cm³ de ácido sulfúrico (D=1,5-1,6), se calienta al baño maría a 70°-80°, agitando hasta disolución, se vierte en un butirómetro Gerber para queso (fig. 8), muy semejante al que se usa para la manteca, y se lava el matracito con más ácido sulfúrico para obtener conjuntamente 20 cm³. Agrégase ½ 6 1 cm³ de alcohol amílico purísimo, según se trate de quesos grasos o magros. Ciérrase el butirómetro, agítase, pónese al baño maría a 65°-70° por algún minuto, agitando de vez en cuando, y luego se pasa a la centrífuga, centrifugando por 5 minutos; vuélvese a poner en el baño, déjase por algunos minutos, repítese la centrifugación y se procede a la lectura de la capa de grasa a la temperatura del baño maría. El número leído se somete a una corrección que varía entre 0,1 (para lecturas de 4 a 11) y 0,6 (para lecturas de 37 a 40).

Fig. 8.

El método da buenos resultados en los quesos grasos, menos buenos en los magros, para los cuales son recomendables los métodos ponderales descritos más adelante. El método Gerber, sin las modificaciones de Siegfeld, es decir pesando directamente el queso en el vasito unido al tapón del butirómetro, está señalado en los Métodos oficiales italianos (*del Min. di A. I. e C.*, 1905) con la advertencia de que la corrección que ha de realizarse sobre la lectura es igual a la indicada en el mismo método para la manteca (V. Manteca, n. 8).

b) PONDERALMENTE. — Se procede siguiendo uno u otro de los siguientes métodos:

1. Pésanse 3-5 gr de queso, pónense en un mortero en que se haya vertido mucha arena o pómez gruesa, previamente calcinada; mantiénese todo por algunas horas en una estufa a unos 100° o mejor en el vacío con ácido sulfúrico; luego se amasa bien el queso con la arena, se repone la mezcla en un saquito o dedal de papel de filtro y se extrae con éter anhidro en un aparato extractor por 4 horas. Después se machaca nuevamente la mezcla y se vuelve a extraer por otras 2 horas con nuevo éter. Las soluciones etéreas así obtenidas se destilan, y el residuo se deseca por 1 hora a 100° y se pesa.

Junto con la grasa se extrae también el ácido láctico, si lo contiene el queso; en tal caso conviene neutralizar primero la acidez con carbonato sódico.

2. Siguiendo el método Schmid-Bondzynski. Pésanse de 3 a 5 gr de queso desmenuzado, y se tratan en un matracito con 10 cm³ de ácido clorhídrico (D = 1,125) calentando sobre una llama hasta disolución de la caseína; pásase luego a una probeta graduada de 100 cm³, lavando varias veces el matracito con 25 cm³ de éter etílico que se vierten en la misma probeta. Después de haber agitado bien se agregan 25 cm³ de éter de petróleo, se agita más

y se procede luego de la manera indicada para la leche (V. Leche, n. 5, *b*).

Uno y otro método descritos dan óptimos resultados aun para los quesos magros; el segundo tiene la ventaja de ser más rápido.

4. Determinación de las substancias nitrogenadas.—Determínanse por el método de Kjeldhal, tomando 1-2 gr de queso y 25 cm^3 de ácido fosfosulfúrico. El nitrógeno, multiplicado por 6,37, da las substancias nitrogenadas.

5. Determinación de las substancias nitrogenadas solubles.—Esta determinación tiene especialmente por objeto establecer el grado de maduración del queso. Se lleva a cabo del siguiente modo: 20 gr de la muestra se desecan a unos 40°, y se extraen con éter para privarlos de la grasa; 10 gr del residuo seco exento de grasa se amasan con agua, hasta formar una papilla flúida, que se vierte en un matraz tarado de 500 cm^3; agréganse unos 400 cm^3 de agua, se agita por 15 horas de vez en cuando, a la temperatura ordinaria, agregando una gota de aldehido fórmico para impedir la putrefacción; dilúyese hasta enrase, agítase y fíltrase. Viértense 100 cm^3 del filtrado (= 2 gr de substancia) en un matraz para la determinación del nitrógeno, donde se evaporan, y sobre el residuo se determina el nitrógeno por el método de Kjeldhal.

6. Determinación de la acidez.—Caliéntanse varias veces con agua 10 gr de queso, decantando cada vez el líquido; los líquidos se filtran y se diluyen hasta 200 cm^3. En 100 cm^3 (= 5 gr de substancia) se valora la acidez con solución $\frac{N}{10}$ de potasa, y fenolftaleína como indicador. La acidez se calcula en ácido láctico: 1 cm^3 de potasa $\frac{N}{10}$ = 0,009 gr de ácido láctico.

7. Determinación de las cenizas.—Carbonízanse cuidadosamente 5 gr de queso en una cápsula de platino, y luego se quema al rojo obscuro, o mejor, se lixivia con agua y se opera como se describió para la leche (V. Leche, n. 8).

En las cenizas se puede determinar el cloruro de sodio y descubrir los metales pesados (en especial cobre y plomo), el bario y el talco, substancias estas últimas que en los quesos de pasta blanda pueden provenir de infiltración de la capa artificial que cubría la corteza.

8. Reconocimiento de la naturaleza de la grasa.—100 a 200 gr de queso, exento de corteza, finamente rascado si es de pasta dura, o amasado con arena si de pasta blanda, se deslíen en un mortero con agua calentada a unos 35°, agitando repetidamente para dar lugar a que la caseína se hinche y la grasa se ponga en libertad. Apenas iniciada la butirificación, se vierte la papilla en un vaso de 500 cm^3, y

se lava el mortero con agua destilada, a 20°, en cantidad igual a 2 ½ veces el volumen del queso. Agítase, y al cabo de unos 5 minutos la manteca se separa en la superficie en grumos que con un ligero movimiento se hacen reunir en una sola masa. Pásase entonces la manteca a la boca del vaso, por adición de agua fría, y tomándola con una cuchara, se pasa a otro vaso, donde se lava un par de veces con agua: disuélvese luego en 200 cm^3 de éter de petróleo (de punto de ebullición a 50°) o de éter etílico anhidro; la solución etérea se vierte en una probeta de tapón esmerilado, donde se deja en reposo por unas dos horas. Decántanse o fíltranse, si la solución etérea está aún turbia, 100-150 cm^3, y se evaporan lentamente al baño maría, dejándolos hasta haber expulsado completamente el éter. La grasa así obtenida se somete al análisis, determinando especialmente el número de ác. vol. y el grado refractométrico, y en ciertos casos el número de saponificación, el peso específico, el número de Polenske, etc., como se indicó para la manteca (V. Manteca).

Para deducir si se trata de verdadera grasa de leche, o de margarina o mezclas, y en consecuencia si el queso está preparado sólo con leche o bien con margarina u otras grasas, sirven las mismas normas expuestas a propósito de la manteca (V. Manteca).

Este procedimiento está indicado en los Mét. oficiales italianos (1905); pero pueden seguirse, para extraer la grasa del queso, los otros métodos indicados para la determinación ponderal de la grasa (especialmente n. 3, *b 1)*, partiendo de una cantidad de muestra mayor, por ejemplo 100 gr.

9. Reconocimiento de la materia colorante.—Para teñir el queso úsase el achiote, el azafrán (especialmente en Italia), o abusivamente colores de alquitrán. Para revelar estas substancias se siguen en el queso los mismos métodos indicados para la manteca (V. Manteca, n. 13).

10. Reconocimiento de diversas substancias extrañas.—El queso puede estar, aunque raramente, sofisticado con harina, almidón o fécula, reconocibles por el examen microscópico; a este propósito hay que advertir que algunos quesos especiales (por ejemplo, el Roquefort), se preparan con adición de pan enmohecido o con otras materias.

11. Rebusca del veneno del queso (*Tyrotoxicón*).—Este veneno está formado por una toxina especial que puede formarse en el queso en ciertas circunstancias, y se revela del siguiente modo: Tritúrase el queso con agua, fíltrase, alcalinízase el líquido con sosa y se extrae con éter. La solución etérea evaporada en el vacío, deja sedimentar, si existe la toxina, cristales aciculares que deben ejercer una acción fuertemente tóxica (comprobable mediante su acción fisiológica).

***

Para *apreciar la bondad y pureza* de un queso se tendrán en cuenta primero los caracteres organolépticos. Un *buen queso* golpeado sobre la corteza ha de dar un sonido homogéneo; la pasta debe ser también homogénea; no ha de presentar manchas extrañas al color del queso; el sabor ha de ser el propio del tipo, no amargo; la consistencia normal, no viscosa. Además de estos caracteres un buen queso no han de encontrarse substancias extrañas o nocivas, y ha de contener la cantidad de grasa natural que normalmente le corresponde.

A este respecto, el *Reg. para la aplicación de la ley n.* 522 *de julio de* 1910, en Italia, prescribe para combatir los fraudes en los quesos, que las investigaciones que han de efectuarse para reconocer si un queso es puro son:

1. Separación de la materia grasa contenida en el queso.
2. Determinación de los ácidos volátiles en esa grasa (número Reichet-Meissl-Wollny).
3. Determinación del índice de refracción a 35° (con el butirorrefractómetro Zeiss).
4. Determinación de la materia grasa por ciento de queso seco.

De estas varias determinaciones, que deben ser practicadas según los métodos oficiales del Min. de A. I. e C., se deducirá:

1.° Si el *número de los ácidos volátiles* es inferior a 18, indica presencia de margarina; si está comprendido entre 18 y 24, el queso es sospechoso; si es superior a 24 es genuino.

2.° Un *índice de refracción* superior a 18 demuestra la presencia de margarina.

3.° El *tanto por ciento de grasa* en el queso seco sirve como criterio de orientación, por ser los quesos margarinados generalmente más pobres en grasa que los quesos genuinos.

La *composición química del queso* es bastante variable y depende de las materias primas empleadas, del grado de maduración del queso, etc.

CAPÍTULO III

HARINAS, ALMIDONES Y PRODUCTOS DERIVADOS

Comprende este capítulo las harinas, los almidones y las féculas, y entre los derivados, el pan, las pastas alimenticias, la dextrina. De tales productos se trata sucesivamente en los siguientes artículos.

HARINAS

Las harinas son producto de la molienda de los cereales y de las semillas de algunas leguminosas y de otras plantas. Las más importantes son las de trigo, maíz, centeno, avena; de uso limitado son las de garbanzos, habas, guisantes, castañas.

El análisis de las harinas tiene por objeto generalmente comprobar su pureza, genuinidad y estado de buena conservación, especialmente desde el punto de vista higiénico, y el valor comercial especialmente desde el punto de vista de la panificación.

Por esto los casos analíticos que se pueden presentar con respecto a las harinas son por lo general los siguientes:

a) Establecer la naturaleza de una harina. En este caso el examen microscópico (n. 4) revelará de qué harina se trata y si de una sola o de varias especies.

b) Establecer si se trata de harina sana o corrompida, o adulterada. En este caso hay que recurrir a la observación de los caracteres externos, al examen microscópico, a las determinaciones del agua, de las cenizas, del gluten, de la acidez, descritos en los números 5, 6, 7, 8, y a la rebusca de las alteraciones, de las semillas extrañas y nocivas, del polvo de madera, de las substancias minerales extrañas y del blanqueo (V. números 9, 10, 11, 12, 13).

c) Establecer de qué productos de la molienda se trata, es decir: si de harinas finas, bajos productos o mezclas. En este caso se recurrirá al examen de los caracteres organolépticos, al ensayo

de cernido, a la observación microscópica y a las determinaciones de las cenizas, del gluten, de la acidez y de la celulosa (números 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 15).

d) Establecer si una harina no corrompida ni adulterada es más o menos apta para la panificación. En tal caso se recurrirá a las determinaciones de las cenizas, al examen del gluten y a los ensayos prácticos de panificación (números 6, 7, 14).

Si interesa practicar el análisis completo, se efectúan además de las determinaciones indicadas en las letras *b*, *c*, *d*, las de los hidratos de carbono, del nitrógeno (correspondiente a las substancias nitrogenadas o proteicas), de las substancias grasas, y a veces la del ácido fosfórico (números 16, 17, 18, 19).

Además de las verdaderas harinas hállanse en el comercio también harinas preparadas para usos especiales de cocina o pastelería, para alimentación de los niños, para usos medicinales, como las harinas para pasteles, las de avena, las harinas lacteadas, la revalenta arábiga, las harinas glutinadas. Para el examen de estos productos se recurre a la observación microscópica para saber de qué harina se trata, al reconocimiento y determinación de los azúcares, de la sacarina, de las substancias aromáticas o colorantes (en las harinas para pasteles). Las harinas de avena, de cebada y semejantes, para alimento dietético, están casi siempre tostadas; la tostación se puede comprobar además de por el olor y sabor, por medio de la determinación de los azúcares y de la dextrina, que están siempre en mayor cantidad en las harinas tostadas que en las naturales (n. 16). En las harinas glutinadas es interesante la determinación del nitrógeno (n. 17), de cuya cantidad se puede deducir si realmente han sufrido la adición de gluten.

Toma de la muestra.—Cuando la harina está contenida en sacos, se forma la muestra tomando porciones periféricas y centrales de los mismos y mezclando íntimamente las diversas porciones. Para la harina contenida en cajas, o de otra suerte amontonada, se toman las muestras en diversos puntos de la masa; reúnense y mézclanse. De la mezcla obtenida en uno o en otro caso, se toma la cantidad de harina necesaria para el análisis (unos 500 gr), y se conserva preferentemente en vasija de vidrio.

1. **Examen organoléptico**.—Hay que examinar cómo se presenta la harina al tacto (si más o menos suave, si contiene grumos, etc.); su olor (que en las harinas próximas a averiarse se advertirá mejor haciéndolas hervir con agua adicionada de un poco de sosa cáustica), y el sabor (si es o no agradable), si existen en ella ácaros u otros parásitos visibles a simple vista o por medio de una lente.

2. **Examen del color**.—Este examen se verifica por confrontación con harinas típicas de calidad conocida, y cuando las diferencias

de coloración sean poco apreciables a simple vista, por el siguiente método:

Sobre una tablilla de madera negra de superficie lisa, de 14 cm de longitud y 7 cm de anchura, provista de mango, se forma con 15-20 gr de harina de calidad conocida un paralelepípedo de 5 cm de longitud, 3 cm de anchura y 3 mm de espesor y su superficie se alisa comprimiéndola ligeramente con una placa de vidrio, y con un cuchillo se cortan netamente los lados; con las harinas en examen se forman otros tantos paralelepípedos cuidando de que estén próximos entre sí. Introdúcese luego con cuidado la tablilla oblicuamente en un recipiente que contenga agua (preferentemente acidulada con ácido sulfúrico) y se deja aproximadamente 1 minuto, retirándola luego aprisa para comparar las coloraciones de las superficies harinosas. Para facilitar la formación de los paralelepípedos de harina se hace también uso de especiales moldes.

Cuando el ensayo debe hacerse sobre harinas granadas conviene primero deshacerlas.

Este ensayo es de mucha importancia para apreciar la calidad o finura de las harinas. Adóptase corrientemente, así en el comercio como en la verificación de la molienda.

3. Prueba de cernido.—Úsase un cedazo de seda de 20 cm de diámetro y que tenga 46 mallas por centímetro. Pónense 50 gr del producto que haya de examinarse en el cedazo, y se le da con la mano un movimiento de vaivén, teniéndolo sobre dos listones de madera fijados internamente a los lados opuestos de un bastidor rectangular también de madera; el cernido no se prolongará más de 10 minutos. Recógese el residuo que ha quedado en el tamiz, se pesa y multiplicando por 2 se tendrá el tanto por ciento de parte gruesa que ha quedado en el cedazo.

Las dos porciones así separadas se examinan aparte, ya en sus caracteres externos, ya en sus caracteres físicos y químicos (especialmente en el contenido en cenizas, V. n. 6).

Este ensayo es particularmente importante para el examen de las harinas inferiores y moyuelos.

4. Examen microscópico.—Es un ensayo importante que basta para establecer la naturaleza de una harina y comprobar si se trata de una harina pura o mezclada con otras harinas o con substancias extrañas.

Este examen se funda, en la práctica, casi exclusivamente en el reconocimiento de los gránulos de almidón, los cuales presentan formas propias y características para cada uno de los vegetales de que provienen.

Antes de describir el modo de operar es útil señalar algunas

normas prácticas que deben observarse en el uso del microscopio.

a) NORMAS PRÁCTICAS.—Iluminación suficiente y uniforme del campo visual debe ser el primer cuidado del observador al microscopio, utilizando una luz difusa no demasiado intensa, que se regulará mediante la conveniente apertura del diafragma. Una iluminación demasiado viva puede hacer desaparecer, o hacer difícilmente visibles, finos detalles de estructura, en el caso, especialmente, de ser muy transparente la preparación. Lograda la iluminación conveniente del campo, y colocada la preparación sobre la platina del microscopio, se procede al enfocado de la siguiente manera: ya con el tornillo de cremallera, ya con cuidadosos movimientos de rotación, se baja el tubo del microscopio, mirando lateralmente y *no por el ocular*, hasta que el objetivo esté suficientemente próximo a la preparación. Esta distancia ha de ser tanto menor cuanto más fuerte es el objetivo. Aproximado así el objetivo a la preparación, para conseguir el enfocado se eleva lentamente el tubo, mirando por el ocular. De este modo se obvia el grave peligro que fácilmente se presenta al enfocar observando directamente por el ocular, de hacer chocar la lente frontal del objetivo con la preparación, cuando se traspasa inadvertidamente el plano de la imagen.

Una vez enfocada la preparación, se verifica la observación mediante continuos y pequeños movimientos del tornillo micrométrico que rige el tubo, mientras se hace correr la preparación, para examinarla en todos sus puntos. El continuo movimiento del tornillo micrométrico es de gran utilidad, porque las imágenes dadas por el microscopio, especialmente si se verifica la observación con fuerte aumento, corresponden a un solo plano del objeto, cuya estructura completa resulta más evidentemente por la síntesis de las imágenes observadas en sus diversos planos.

Respecto al aumento que debe emplearse, depende de la naturaleza de la observación y del objeto; para los ensayos comunes sobre las harinas es suficiente un aumento máximo de 200-300 diámetros. En general, conviene hacer un examen, primero con escaso aumento a fin de tener un concepto general de la substancia que se haya de examinar, y buscar en la preparación los puntos interesantes, para estudiar luego en ellos los detalles con un aumento mayor. Hay que advertir además que para obtener un aumento dado, conviene utilizar un fuerte objetivo y un ocular débil, ya que el aumento de la imagen del objeto corresponde en primer lugar al objetivo, y por consiguiente de él dependen principalmente la fidelidad y la nitidez de dicha imagen, mientras el ocular sirve sólo para recoger y aumentar la imagen dada por el objetivo.

El microscopio se mantiene alejado del polvo, de manantiales de calor y de los vapores que se desprenden de los reactivos químicos

ordinarios, vapores que en breve tiempo corroerían las partes metálicas y ofuscarían las lentes.

b) MANERA DE OPERAR.—Para verificar un ensayo microscópico, se ponen en un mortero algunas pizcas de harina tomadas de una muestra bien revuelta y homogénea, se agrega agua poco a poco y se mezcla cuidadosamente hasta obtener un líquido lechoso, enteramente exento de grumos. Este líquido, mantenido en continua agitación, se vierte sobre una tela basta, de anchas mallas, tendida sobre los bordes de una copa, en la que se recoge el líquido que tiene en suspensión el almidón.

De este líquido bien agitado, se toma una gota mediante una varilla de vidrio, se coloca en un portaobjetos, se aplica el cubreobjetos y se observa al microscopio con un aumento de unos 200-300 diámetros.

Los diversos almidones se distinguen por su magnitud, por su forma, por la presencia o ausencia de una estratificación o de un hilo, y en fin, por presentarse aislados o agrupados.

Los caracteres microscópicos de los granos amiláceos más comunes descríbense a continuación y están representados con un aumento de 200 diámetros, en las figuras de las láminas I, II, III, IV, V (1). Pero en la práctica es siempre útil examinarlos directamente sobre muestras de harinas genuinas, de las cuales se debe por lo tanto poseer una colección verdadera, para poder practicar las convenientes *confrontaciones* con las harinas en examen.

El procedimiento por confrontación es además necesario cuando se trata de evaluar, al menos aproximadamente, las proporciones en las cuales diversas harinas entran a formar una mezcla. A este fin se hacen diversas preparaciones de la harina en examen y se cuentan, en numerosos campos, observados con pequeño aumento, los gránulos de almidón provenientes de una de las harinas que componen la mezcla. Luego se preparan mezclas en varias y conocidas proporciones, de las mismas harinas, y se repiten, en las mismas condiciones, las observaciones microscópicas, contando igualmente los gránulos de almidón procedentes de la harina precedentemente considerada. De este modo se puede llegar a establecer a cuál de las mezclas preparadas expresamente se aproxima más, por la proporción de una clase dada de almidón, la mezcla en examen, y por lo tanto la cantidad de la correspondiente harina que entra a formarla.

Además del examen de los gránulos amiláceos es necesario, en algunos casos (como por ejemplo, en las mezclas de harinas de trigo, centeno, y más particularmente en el caso de tener que establecer si una harina de centeno contiene también trigo, cuyos correspondientes gránulos de almidón no presentan caracteres distintivos bas-

(1) Las microfotografías han sido obtenidas del natural por el Dr. G. Bosco.

tante diferenciados para poder ser utilizados para un seguro reconocimiento), recurrir también a la observación y al estudio de otros elementos que pueden hallarse en las harinas, como los fragmentos de tejido cortical (salvado) y los pelos, que tienen diversa conformación y estructura según los cereales de que provienen.

El apartado de estos elementos se logra fácilmente para las harinas bajas, y que los contienen, por tanto, en cierta proporción.

En este caso se recurre al tamizado: el residuo que queda en el cedazo se lava algo para purgarlo enteramente de la escasa porción de harina que le queda adherida, y luego se observa al microscopio. Para facilitar la observación es conveniente tratar este residuo a la ebullición incipiente, con una solución diluída (1 : 10) de carbonato sódico, la cual, disolviendo el contenido de las células de los tejidos, pone en mayor evidencia la estructura de las paredes.

Si se trata de harinas finas, para obtener cierta cantidad de salvado, residuos de pelos, etc., se recurre a los siguientes tratamientos:

a) Hiérvense por 10 minutos, 5 gr de harina en 100-150 cm^3 de ácido clorhídrico o sulfúrico diluído al 10 por 100, y adicionado con 10 gr de glicerina. Déjase sedimentar, decántase el líquido, y el residuo, se pasa con agua a una copa, se recoge y se examina.

b) La separación se puede conseguir mecánicamente por medio de un líquido de densidad menor que la de los gránulos amiláceos y mayor que la de los residuos corticales. Este líquido (1) está compuesto de una mezcla de 75 partes de tetracloruro de carbono y 25 de toluol. La operación se verifica en un embudo de llave de forma cilíndrica y de diámetro no muy grande, en el cual se introduce el líquido y cierta cantidad de la harina, se agita enérgicamente y se deja en reposo. A los pocos minutos aparece flotante el salvado, formando una capa de color amarillo pardusco, mientras la harina se posa en el fondo del recipiente. Cuando el líquido queda límpido o apenas opalescente, se abre la llave y se elimina el depósito formado, luego se repite el tratamiento, se verifica una nueva separación del residuo que cayó en el fondo y finalmente se deja caer sobre un filtro la capa flotante, junto con unos pocos centímetros cúbicos del líquido que ha quedado en el embudito. Lávase el embudo con éter, para desprender las partículas que han quedado adheridas a sus paredes, y se completa el lavado del salvado y de los demás elementos corticales recogidos en el filtro.

El reconocimiento y el examen de estos elementos, es decir de los pelos y de los fragmentos de salvado, se verifican, como se ha dicho, especialmente en el caso de que deba establecerse si una harina es mezcla de la de centeno y trigo. Para el exacto conocimiento de

---

(1) G. Testoni: *Le Staz. sper. agr. italiane*, tomo XLVIII, 1915, pág. 144.

tales elementos, además de la confrontación con buenas figuras y con las características descritas en los textos, es siempre conveniente verificar un estudio, tomándolas directamente de granos de trigo y centeno. Por lo que se refiere a los pelos, es muy fácil con una buena navaja obtener cierta cantidad del extremo de los granos, donde los pelos se hallan reunidos en penacho visible a simple vista. Para el estudio de los tejidos corticales se recomienda que se pongan en agua, por un par de horas aproximadamente, algunos granos de trigo y de centeno, calentando hasta ebullición incipiente. Después de enfriar, de los granos hinchados es fácil tomar con pinzas de puntas delgadísimas, tiras de epidermis que se pueden observar en seguida al microscopio.

Los caracteres distintivos de los pelos y de los tejidos corticales del trigo y del centeno son los siguientes:

Pelos de trigo (fig. 9, Lám. I).—Las paredes del pelo tienen notable espesor, hasta el punto de que consideradas aun a poca distancia de la base su grosor excede al del lumen. Este, que se presenta por lo visto, como un canal delgadísimo que recorre el pelo, se ensancha bruscamente en la base, a veces con recortaduras irregulares.

Pelos del centeno (fig. 10, Lám. I).—Las paredes tienen un espesor menor que el lumen, el cual corre ensanchándose regularmente desde la punta del pelo hasta la base, donde forma un hinchamiento de bordes paralelos al contorno redondo de la base del pelo.

Tejidos corticales del trigo.—Se componen de dos capas de células, siendo la inferior de sentido transversal a la superior.

La longitud de las células de estas dos capas es aproximadamente la misma, y sus paredes más largas se presentan gruesas y con hinchamientos en forma de discos o de perlas muy característicos.

Las paredes más cortas de las células del estrato transversal inferior son más delgadas que las paredes más largas, y además están soldadas formando una pared única medianera entre dos células contiguas.

Tejidos corticales del centeno.—Las células que componen los dos estratos de los tejidos correspondientes a los estudiados para el trigo son de diferente magnitud, siendo las del estrato transversal inferior más cortas que las del estrato superior, y además no se observa el mayor espesor de las paredes más largas respecto a las cortas como en el caso del trigo. En fin las paredes más cortas de las células del estrato transversal inferior, no se funden con las paredes correspondientes de las células vecinas, sino que se mantienen independientes, dejando pequeños espacios entre sus puntos de contacto.

c) Descripción de los almidones más comunes.—Pueden distinguirse según las procedencias, en almidones provenientes de las

cariópsides de los cereales, almidones provenientes de las semillas de leguminosas, almidones provenientes de tubérculos, rizomas, médulas, frutos, etc., de otros vegetales.

1. *Almidones de cereales.* — Los más importantes son los siguientes:

Almidón de trigo (fig. 11, Lám. I). Preséntase en gránulos aislados, circulares, de magnitud variable, es decir unos grandes, con diámetro de 20 a 40 μ, y otros más pequeños, por término medio de 6 μ, y también éstos de forma generalmente globular, y rara vez poligonal. Existen unos pocos granos de magnitud intermedia entre los grandes y los pequeños. No se observa en ellos hilo ni estría alguna.

Almidón de centeno (fig. 12, Lám. I). Preséntase en gránulos que se asemejan mucho a los del trigo, es decir, están aislados y son circulares, pero tienen por término medio mayores dimensiones, pudiendo llegar al diámetro de 60 μ (son abundantes los gránulos de 40 a 50 μ); además, son frecuentes los gránulos con hilo punctiforme o más a menudo estrellado con tres o cinco rayos.

Almidón de cebada (fig. 13, Lám. I). Preséntase en gránulos que son del mismo tipo que los precedentes, pero más pequeños (diámetro máximo 30 μ), con predominio de gránulos pequeñísimos; su contorno es menos regular que el de los gránulos de almidón de trigo, y tiene en algunos, especialmente en los mayores, una especie de depresión, por lo que afectan algo la forma de un riñón o de una habichuela.

Almidón de maíz (fig. 14, Lám. I). Está formado por gránulos que presentan dos formas diversas, según pertenezcan a la porción cortical de la semilla o a la más interna. Los gránulos de la porción cortical que representan la forma característica, están casi todos aislados, son netamente poliédricos, isodiamétricos, sensiblemente de igual magnitud, comprendida entre 15 y 22 μ; y presentan un hilo central, a menudo estrellado; no hay indicio de estratificación. Los gránulos de la porción más interna de la semilla también están aislados, y tienen contorno redondeado; tienen, como los primeros, un hilo y carecen de estratificación. La diferenciación entre este almidón y el de trigo es muy fácil aun en las mezclas (fig. 15, Lám. II).

Almidón de alforfón (fig. 16, Lám. II). Está formado por granos poliédricos que miden de 6 a 15 μ (por término medio 10 μ), y presentan un hilo que aparece como una manchita en el centro de los gránulos, los cuales están reunidos en característicos y grandes grupos, que también son poligonales, y nunca redondeados como los de arroz y de centeno, de los cuales es por lo tanto fácil distinguirlos.

Almidón de zahina (fig. 17, Lám. II). Está constituído por gránulos muy semejantes a los del maíz, pero menos uniformes y regu-

lares; generalmente abundan los de magnitud media, de 13 a 18 μ, pero siempre entremezclados con gránulos mucho más gruesos, de 33 a 41 μ; además muchos gránulos, en vez de un hilo estrellado o lineal, presentan una estructura radiada, del centro a la periferia, característica.

Almidón de arroz (fig. 18, Lám. II). Es muy característico; presenta gránulos simples y compuestos. Los gránulos simples tienen forma poliédrica, con 3 y hasta 6 vértices, más a menudo 5, son isodiamétricos y ofrecen aspecto cristalino; las dimensiones medias son de 4 a 6 μ. Los gránulos compuestos, constituídos por la reunión de gránulos simples, tienen forma redondeada y aparecen globulares, de superficie reticulada. Estos gránulos compuestos fácilmente se disgregan en gránulos simples, especialmente en el curso de las operaciones mecánicas encaminadas a la separación del almidón, como en el caso de los polvos de tocador.

Almidón de avena (fig. 19, Lám. II). Está formado por gránulos simples y compuestos. Los primeros son pequeños, poliédricos, de forma más irregular que los de arroz, y son también algo más grandes que éstos, pues tienen por término medio un diámetro de 7 a 9 μ. Son muy fácilmente distinguibles de los de arroz, porque en éste nunca existen algunos gránulos largos de 12 a 18 μ con marcada forma de huso. Los gránulos compuestos tienen un contorno oval bastante regular y pueden alcanzar un diámetro de 60 μ.

2. *Almidones de leguminosas.*—Los almidones de las diversas legumbres, habichuelas, habas, garbanzos, lentejas, guisantes, algarrobas, se presentan con aspectos bastante semejantes entre sí y característicos, por lo que es fácil distinguirlos entre los almidones de otras procedencias. Todos estos almidones son de gránulos aislados, de tamaño siempre notable, preponderantemente de forma oval y con hilo bien definido, lineal, más o menos deshilachado y estrías casi siempre muy evidentes.

Almidón de habichuelas (fig. 20, Lám. II). Los gránulos de este almidón presentan la forma típica de los almidones de leguminosas. Son de forma elíptica o arriñonada y todos están provistos de un hilo lineal extrañamente deshilachado; el estriado delgadísimo es siempre muy evidente. La longitud media de los gránulos es de unos 60 μ.

Almidón de habas (fig. 21, Lám. III). Gránulos semejantes a los de la habichuela, con un contorno menos regular. El hilo no es muy frecuente y también se presenta lineal deshilachado. El estriado delgado es casi siempre evidente. Algunos gránulos pueden alcanzar la longitud de 75 μ, pero la longitud media es de 40 μ.

Almidón de guisantes (fig. 22, Lám. III). Los gránulos de este almidón tienen forma redonda oval y son de los más pequeños de los almidones de las leguminosas, llegando como máximum a una longi-

tud de 28-30 μ aproximadamente. El hilo no es muy frecuente y el estriado es bastante evidente.

Almidón de guisantes (fig. 23, Lám. III). Los gránulos de este almidón tienen un contorno más redondeado que los de las otras legumbres y a veces presentan forma cónica. El hilo, que se presenta como una cavidad, y el estriado son visibles sólo en algunos gránulos. Las dimensiones medias son de unos 45 μ.

Almidón de lentejas (fig. 24, Lám. III). El contorno de los gránulos recuerda el de los del almidón de guisantes, pero el hilo es mucho más frecuente y se presenta como una cavidad irregular, y también las estrías son casi siempre más perceptibles. El tamaño medio de los gránulos es de 38-40 μ.

Almidón de algarrobas (*vezas*) (fig. 25, Lám. III). Está formado por gránulos de forma oval, a veces de contorno giboso, provistos de un hilo irregular, deshilachado, y con estrías a veces poco evidentes. Los gránulos de tamaño medio tienen un diámetro de 30 μ, pero los más pequeños pueden ser de sólo 7-10 μ.

3. *Almidones de tubérculos, raíces, tallos, etc.*—Además de los almidones de cereales y leguminosas interesa conocer los caracteres microscópicos de otros almidones que se designan más particularmente con el nombre de féculas y que se extraen de tubérculos y raíces. De estas féculas las más importantes son:

Fécula de patata (fig. 26, Lám. III). Gránulos aislados, de tamaño variable que puede alcanzar el diámetro de 100 μ, pero que por término medio es de 45-65 μ. Los gránulos pequeños tienen generalmente forma oval, los mayores, aun siendo ovoidales, son más irregulares, a veces con figura de rombo, de cuña, de concha. Todos presentan evidente estratificación y un hilo excéntrico punctiforme. Junto a los gránulos simples, hállanse a veces gránulos especiales, llamados semicompuestos, que presentan doble estratificación, orientada alrededor de dos o tres centros.

Fécula de batata (fig. 27, Lám. IV). Está formada por gránulos de forma irregular y de tamaño vario. Las formas típicas son redondeadas con cuatro vértices, a veces aovadas o remedando un caldero; algunos gránulos están estriados y presentan un hilo excéntrico bien marcado. La magnitud media es de 30 μ, pero los gránulos más grandes pueden llegar a tener un diámetro de 65 μ.

Fécula de maranta (fig. 28, Lám. IV). Preséntase con gránulos redondeados, ovales, piriformes, más raramente trapezoidales. Las dimensiones medias son de 30-40 μ; los gránulos mayores llegan a 50 μ, y los menores bajan a 12 μ; pero por predominar los gránulos de tamaño medio, el almidón en el campo microscópico se presenta con aspecto uniforme. Los gránulos están todos finamente estratificados, y el centro de la estratificación, que puede hallarse en el centro del gránulo, o más frecuentemente algo corrido hacia un extremo,

está formado por un hilo de forma muy característica, por constituirlo dos rayos que se encuentran bajo un ángulo muy abierto, a modo de acento circunflejo o mejor de unas alas extendidas. Algunos raros gránulos presentan en vez de este hilo una cavidad.

Fécula de sagú (fig. 29, Lám. IV). Distínguense gránulos simples y gránulos compuestos. Los simples son muy grandes, de 50 a 65 μ, ovales y elípticos estratificados, y tienen un hilo que se presenta a veces como un punto o como una línea, y otras veces como una cavidad radiada. Sin embargo, hay que recordar que estas féculas, antes de ser importadas en Europa, son más o menos manipuladas (cocidas), lo cual es causa de modificaciones más o menos marcadas en el aspecto de los gránulos, y especialmente en el hilo, que tiende, como se ha dicho, a convertirse en una cavidad de la que parten hendeduras radiales. Los gránulos compuestos están formados por un gránulo grande al cual están unidos dos o más gránulos pequeños de 15 μ de diámetro. Por lo tanto esos gránulos compuestos se presentan gibosos, y si los gránulos pequeños se han desprendido, la superficie del desprendimiento aparece plana. Estas regiones planas en el contorno del gránulo son un carácter muy útil para identificar esta clase de fécula.

Fécula de manioca (fig. 30, Lám. IV). Gránulos de forma globular que a menudo recuerda la de un tambor o de un caldero, por presentar una parte redondeada y otra aplanada. Las dimensiones de los gránulos grandes pueden llegar a 36 μ, el promedio es de 18-22 y los pequeños gránulos pueden ser sólo de 5 μ de diámetro. Los más poseen un hilo bien visible y representado por una pequeña cavidad. A menudo se observan además gránulos compuestos que resultan de la unión de dos y más raramente tres gránulos de diversa magnitud.

Fécula de cúrcuma (Curcuma angustifolia) (fig. 31, Lám. IV). Gránulos aislados característicos, con un extremo redondeado y el otro en punta de lanza. Algunos gránulos, vistos de lado presentan el aspecto de huso muy alargado. Todos tienen un hilo excéntrico y un fino estriado. Las dimensiones medias de los gránulos son de 40-60 μ de longitud por 30-35 μ de anchura.

Almidón de castañas (fig. 32, Lám. IV). Los gránulos están generalmente aislados, con contorno redondeado y un diámetro de 15-20 μ. Las formas típicas están representadas por gránulos en forma de pera o de botella, con un contorno ligeramente ondulado. Generalmente faltan el hilo y la estratificación.

5. **Determinación del agua.**—Pésanse 10 gr de harina en una cápsula de platino y se tienen durante 5-6 horas en una estufa de aire, a la temperatura de 105°-110°; déjase enfriar en un desecador y se vuelve a pesar rápidamente. La diferencia entre la primera y la segunda pesada, multiplicada por 10, da la cantidad de agua contenida en 100 de harina.

La determinación del agua tiene especial importancia para apreciar la mayor o menor conservabilidad de una harina, y es además necesaria si se quieren referir los datos analíticos hallados a la harina seca, para que sean confrontables con los de otras harinas. El agua varía algo con el estado higrométrico del aire en invierno, y en tiempo húmedo las harinas pueden contener 1-2 por 100 de agua más que en verano.

6. **Determinación de las cenizas.**—10 gramos de harina (puede servir la misma porción en que se ha determinado el agua, con tal de que esté contenida en una cápsula suficientemente grande para que no la llene hasta más de los $^2/_3$ de altura), se calientan gradualmente a fuego desnudo, hasta obtener una masa carbonosa; pásase la cápsula a una mufla calentada al rojo-obscuro para quemar completamente el carbón. Déjase enfriar en un desecador y se pesa. El peso de las cenizas obtenidas, multiplicado por 10, da las cenizas por 100 de harina.

Hay que evitar una temperatura demasiado elevada en la mufla, pues si las cenizas llegan a fundirse, el carbón no se quema completamente.

Las cenizas obtenidas de los bajos productos (cuartas, salvadillos, salvados) son generalmente de color obscuro; en tal caso es recomendable tratar las cenizas en la misma cápsula con un poco de agua destilada. desecar el conjunto primero al baño maría y después con llama directa, y poner de nuevo la cápsula en la mufla.

Las cenizas se someten al tratamiento con ácido clorhídrico para comprobar si son del todo solubles, o si contienen arena.

La determinación de las cenizas es la más importante para apreciar la finura de una harina, porque la proporción en que entran a formar parte de la composición de las harinas aumenta a medida que se pasa de las harinas superiores a las inferiores y a los bajos productos.

7. **Determinación del gluten.**—El gluten se puede obtener ya en estado húmedo ya en estado seco.

a) En estado húmedo. — 25 gr de harina se amasan con 12-12,5 cm^3 de agua común en un mortero de porcelana, formando una pasta homogénea que se deja en reposo por media hora. Luego se manipula cuidadosamente la pasta entre las manos, debajo de un tenue chorro de agua a la temperatura de 15-20° C, haciendo pasar el agua de loción por un fino tamiz. El gluten se va aglomerando en una masa blanda y elástica, mientras el almidón es arrastrado por el agua; cuando ésta comienza a caer bastante límpida, se aumenta el chorro, y cuando fluye del todo límpida, la operación, que requiere aproximadamente $^1/_4$ de hora, está terminada. El gluten así obtenido, al que se agregan los fragmentos que pueden haber caído en el tamiz, se priva del exceso de agua, exprimiéndolo sucesivamente con una y otra mano, que se van secando con un trapo; cuando no cede más humedad a la mano, se pesa sobre un vidrio de reloj. El

peso así obtenido, multiplicado por 4, da el gluten húmedo por ciento de harina.

Del gluten obtenido se examinan los caracteres externos (color, olor, elasticidad y tenacidad), los cuales son suficientes para apreciar la calidad y deducir la aptitud de la harina para la panificación.

Para la apreciación de la calidad del gluten se han propuesto aparatos especiales, fundados en el poder de hinchamiento del gluten por el calor, pero los resultados de estos ensayos no dan mejores indicios que los obtenidos del examen cualitativo de los caracteres externos.

b) En estado seco. — El gluten seco se puede deducir aproximadamente del tanto por ciento de gluten húmedo hallado precedentemente dividiéndolo por 3; o se determina más exactamente, por vía directa, del siguiente modo:

Preparado el gluten como se describe en *a*, se pone sobre una plancha de níquel y se calienta a 105° en estufa de aire hasta peso constante, lo que se consigue en unas 20 horas. Para proceder con más rapidez, se calienta el gluten, desmenuzado con los dedos, sobre lámina de níquel, a 120° C, en estufa de aire, durante 2 $^1/_2$ - 3 $^1/_2$ horas. El peso obtenido se refiere luego a 100 p. de harina (1).

Las determinaciones del gluten practicadas con cuidado, según las indicaciones señaladas, y una vez adquirida un poco de práctica, dan resultados bastante concordantes entre sí. Con respecto a su extracción hay que advertir que es muy fácil en las harinas finas de trigo y en las comunes de pan, pero es más difícil en las inferiores, y en este caso es conveniente manipular la pasta bajo el agua, teniéndola dentro de un saquito de tela fina privada de apresto. Las harinas de otros cereales tratadas del modo indicado no dan gluten.

8. Determinación de la acidez.—Pónense 5 gr de harina en una probeta de tapón esmerilado, se agregan 25 cm³ de alcohol de 90°, exactamente neutralizado con sosa $^1/_{20}$ N, se cierra la probeta y se agita de vez en cuando durante el día; dejase en reposo por una noche y a la mañana siguiente se toman, en un vasito, 10 cm³ del líquido límpido separado. En éste se valora la acidez con sosa $^1/_{20}$ N usando como indicador la fenolftaleína o la tintura de cúrcuma (2).

La acidez se expresa en ácido sulfúrico o en ácido láctico, sabiendo que 1 cm³ de sosa $\frac{N}{20}$ corresponde a 0,00245 gr de ácido sulfúrico y a 0,0045 gr de ácido láctico. También puede expresarse en número

---

(1) Neumann y Salecker: *Zeitschr. Unt. Nahr. u. Genussmittel*, 1908, 1, página 735.

(2) La tintura de cúrcuma se prepara haciendo macerar por algunos días 1 p. de raíz de cúrcuma pulverizada, con 10 p. de alcohol de 60° y filtrando la solución alcohólica. Mejor es todavía seguir el procedimiento expuesto en el Cap. Carnes, nota de la pág. 10.

de centímetros cúbicos de sosa normal necesarios para la valoración de 100 gr de harina, número que recibe el nombre de *Grado de acidez*.

El tanto por ciento de acidez, junto con el de cenizas, y el examen de los caracteres externos, del color y del gluten, son la base más segura para apreciar la bondad de las harinas.

La acidez de las harinas también se determina por otros métodos, empleando como disolvente en unos el alcohol y en otros el agua: son preferibles los métodos al alcohol. Los resultados sólo son confrontables cuando se han obtenido por los mismos métodos: en todo caso al dar el valor de la acidez es necesario indicar el método seguido y cómo está expresada.

9. Reconocimiento de las alteraciones. — Las harinas de trigo, mal conservadas, y especialmente las almacenadas en sitios húmedos, se alteran y toman olor desagradable y sabor picante, por invadirlas diversos mohos. Algunas alteraciones provienen de enfermedades del grano, como el carbón (Ustilago carbo), la roya u orín (Uredo rubiga), la Uredo linearis, la cáries o tizón (Tilletia caries), etc. La presencia, ya de los mohos, ya de las esporas que producen estas alteraciones, se revela en parte por los caracteres organolépticos, pero se descubre con seguridad por el examen microscópico.

Otras alteraciones son debidas a la presencia de ácaros y de larvas de insectos, entre las cuales se distinguen especialmente la del Tenebrio molitor y de la Ephestia Kühniella. Las larvas de los insectos se descubren a simple vista. Los ácaros pueden reconocerse fácilmente poniendo una cucharada de harina sobre una hoja de papel y comprimiéndola con una lámina de vidrio transparente: los ácaros, si existen, no tardan en moverse volviendo la superficie de la harina en contacto con el vidrio rayada por numerosos surcos irregularmente dispuestos.

Las harinas de maíz aun se alteran más fácilmente, y por lo tanto no pueden conservarse largo tiempo. Estas alteraciones, que hasta pueden ser causa de enfermedades, porque las harinas de maíz averiadas adquieren propiedades tóxicas, son debidas a diversas causas, pero especialmente a exceso de humedad. Revélanse principalmente por los caracteres organolépticos y por el examen microscópico; pueden reconocerse además con reacciones especiales, como p. ej., la reacción fenólica, la del agua oxigenada, la prueba de la cumarina, pero hay que advertir que sólo con una larga práctica se llega a formar con estos medios un juicio seguro sobre el estado de conservación del maíz y de sus derivados (1).

10. Reconocimiento de los productos de semillas extrañas y nocivas.—Las semillas extrañas, cuyas harinas y fragmentos pueden hallarse en la harina de trigo y otras harinas alimenticias, son debidas principalmente al poco cuidadoso cernido del grano. Tales semi-

(1) B. Gosio: *Alterazioni del granoturco e loro profilassi*, Roma, 1909.

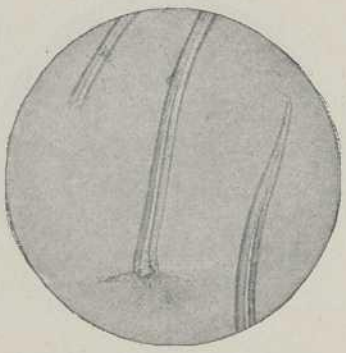


Fig. 9.—Pelos de trigo.

Fig. 10.—Pelos de centeno.

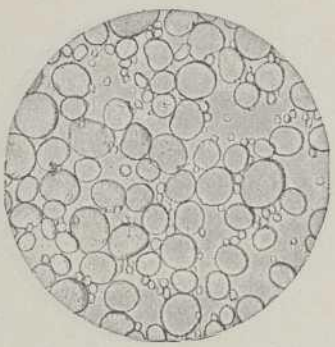


Fig. 11.—Almidón de trigo.

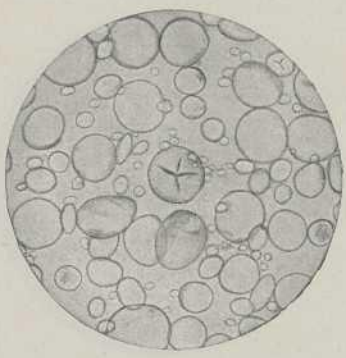


Fig. 12.—Almidón de centeno.

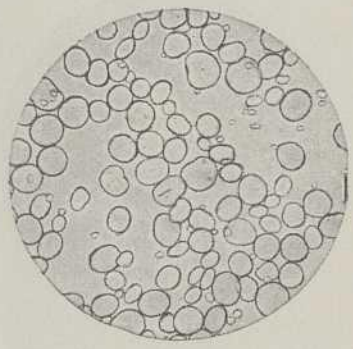


Fig. 13.—Almidón de cebada.

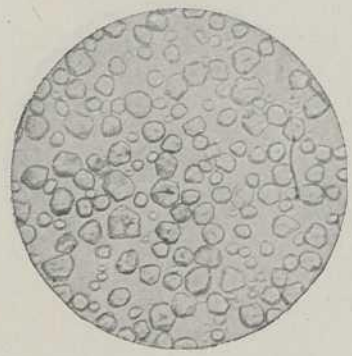


Fig. 14.—Almidón de maíz.

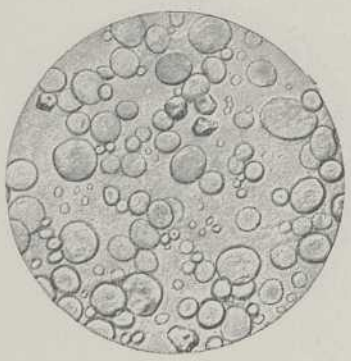


Fig. 15.—Mezcla de almidones de trigo y maíz.

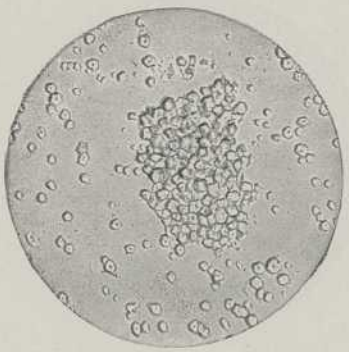


Fig. 16.—Almidón de alforfón.

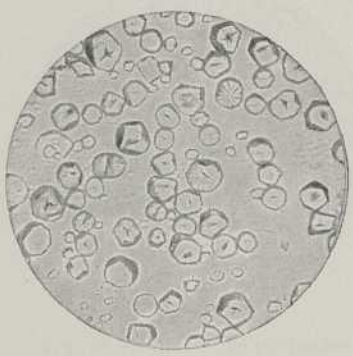


Fig. 17.—Almidón de zahina.

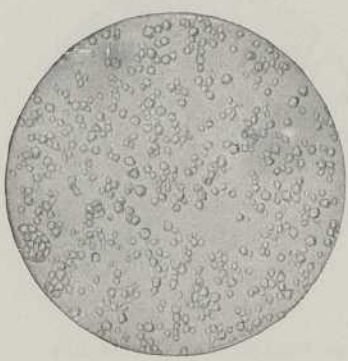


Fig. 18.—Almidón de arroz.

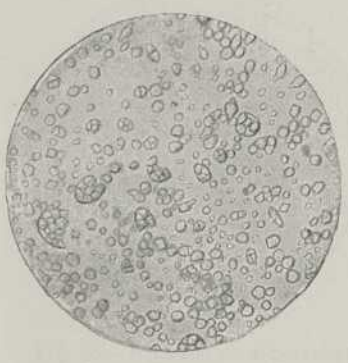


Fig. 19.—Almidón de avena.

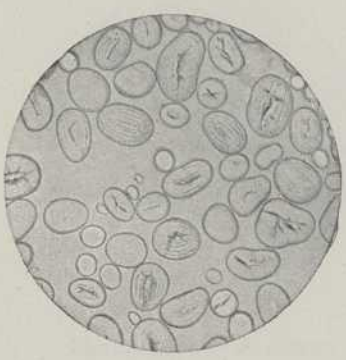


Fig. 20.—Almidón de habichuelas.

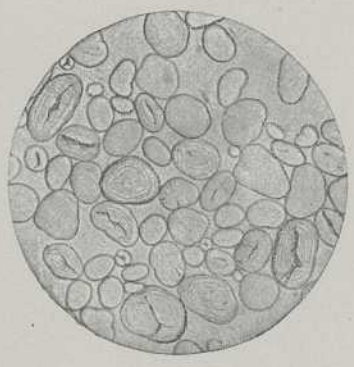


Fig. 21.—Almidón de habas.

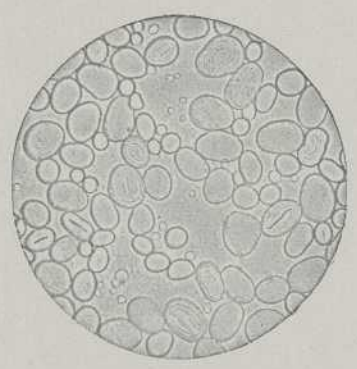


Fig. 22.—Almidón de garbanzos.

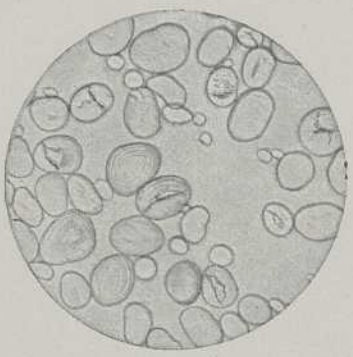


Fig. 23.—Almidón de guisantes.

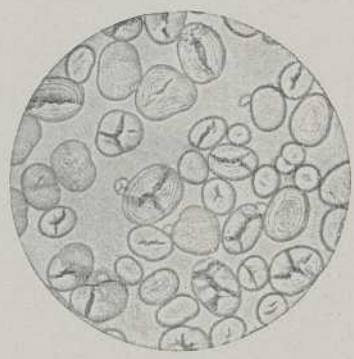


Fig. 24.—Almidón de lentejas.

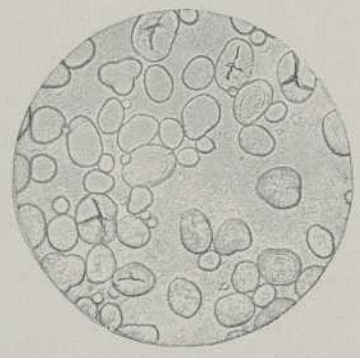


Fig. 25.—Almidón de algarrobas (arveja).

Fig. 26.—Fécula de patata.

Fig. 27.—Fécula de batata.

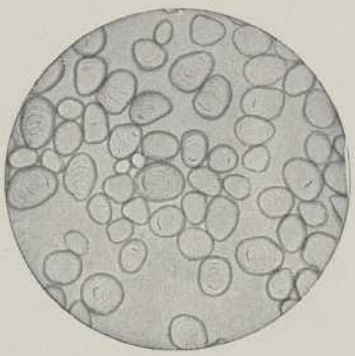


Fig. 28.—Fécula de maranta.

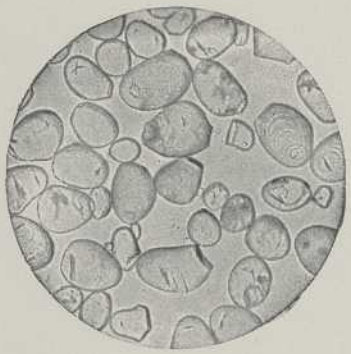


Fig. 29.—Fécula de sagú.

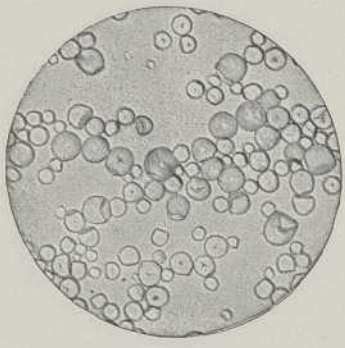


Fig. 30.—Fécula de manioca.

Fig. 31.—Fécula de cúrcuma.

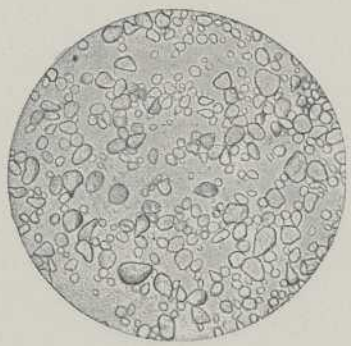


Fig. 32.—Almidón de castañas.

Fig. 33.—Almidón de un pan de munición de trigo.

Fig. 34.—Almidón de un panecillo de lujo de trigo.

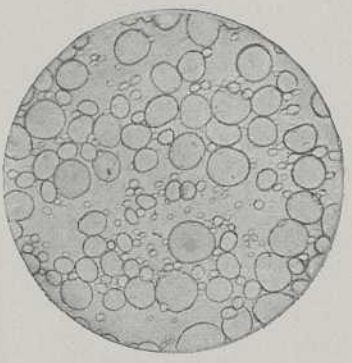


Fig. 35.—Almidón de la pasta de trigo.

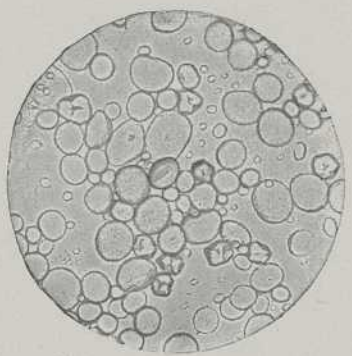


Fig. 36.—Almidón de la pasta de trigo y maíz.

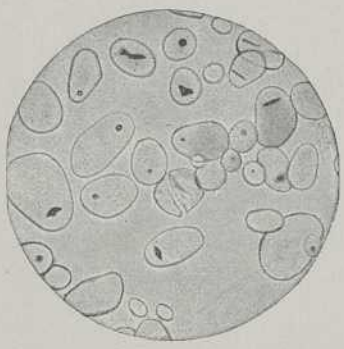


Fig. 37.—Dextrina de almidón de patatas.

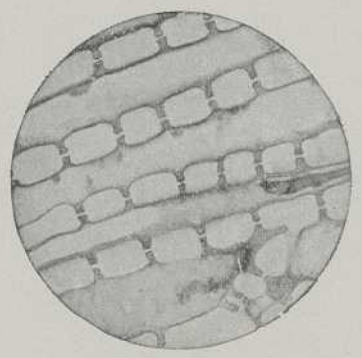


Fig. 38.—Corozo.

llas están principalmente constituídas por vezas (Vicia sativa, alba, etc.), corregüela menor (Convolvulus arvensis), Poligonum convolvulus, yeros (Ervum ervilia), cizaña (Lolium temulentum), neguillón (Agrostema githago), Lathyrus silvestris, Lathyrus pratensis, Lathyrus aphaca, trigo vacuno (Melampirum arvensis). La cizaña, el neguillón, el trigo vacuno, el Lathyrus aphaca son venenosas; también el cornezuelo de centeno (Claviceps purpurea), venenoso, puede hallarse a veces en las harinas.

Las impurezas mencionadas se pueden descubrir en las harinas por medio del examen microscópico hecho en confrontación con preparaciones de las citadas semillas extrañas y se pueden poner también en evidencia con los siguientes ensayos:

a) Sobre un plato blanco ordinario de superficie bien limpia se extiende una pequeña cantidad de harina (5-10 gr) en capa delgada, de modo que sea lo más uniforme posible; luego se riega con la mezcla de Vogl (alcohol de 70°, 100 p., ácido clorhídrico 5 p.), procurando mojar la harina de un modo uniforme. Hecho esto, se calienta el plato sobre una llama hasta que comiencen a desprenderse vapores, y se espera un poco para observar si aparecen esparcidas algunas pequeñas áreas de coloración, o si se perciben, multiplicándose a la vista, puntitos negruzcos.

La aparición de estos puntos negruzcos es señal de la presencia de neguillón, veza, cornezuelo de centeno, ácaros; las manchas de color son generalmente rojas, o violetas, o azules, y hacen sospechar la presencia de la cizaña, del lathyrus, del trigo vacuno y de otras semillas cuyo perisperma, por la presencia de pigmentos especiales, da diversas coloraciones con el ácido del líquido de Vogl.

Todos estos diversos elementos se recogen con la punta de una aguja para someterlos al examen microscópico, primero con un débil aumento, y después, si es preciso, con uno mayor (1).

b) Se tratan en caliente 20 gr de harina desengrasada con 80 gr de cloroformo y 20 gr de alcohol absoluto; se filtra, a ser posible en caliente, con auxilio de la trompa, y se evapora al baño maría el líquido filtrado. Se trata el residuo con un poco de agua caliente, se filtra y se evapora el filtrado. Si queda un residuo notable, es sospechosa la existencia en la harina de neguillón cuya presencia viene confirmada por la coloración primero amarilla, y después rojo-obscura que toma el mismo residuo tratado con algunas gotas de ácido sulfúrico concentrado (2).

c) Unos 5-6 gr de harina se amasan con ácido clorhídrico al 10 por 100; la pasta así obtenida se extiende sobre una placa de vidrio, se calienta hasta evaporación del ácido y se observa si en la

(1) Ensayo de Vogl modificado por Di-Vestea. V. *El examen microscópico de las harinas* por C. Terni en *L'Uffiziale Sanitario*, n. 7, 8, 9, 1894.

(2) Medicus y Kobbr: *Zeitschr. Nahr. u. Genussmittel*, V. 1902, pág. 107.

JUNTA DE INTERCAMBIO Y ADQUISICIÓN DE LIBROS Y REVISTAS PARA BIBLIOTECAS DEL MONTEPIO
BIBLIOTECA PROVINCIAL - SORIA

superficie hay puntos colorados. Si existe trigo vacuno aparecerán puntos o manchas verdosas, si existe cizaña o L. aphaca aparecerá una coloración roja. Si solamente existe cizaña la coloración se manifiesta en seguida aun en frío y es roja con tendencia al naranja; en el caso de tratarse de lathyrus la coloración se manifiesta mejor en caliente y es rojo vinosa.

Para asegurarse de si se trata de cizaña o de lathyrus se recurre al examen de los fragmentos teñidos de rojo (1).

d) Se tratan 10-15 gr de harina con 20-30 cm^3 de éter y 10 gotas de ácido sulfúrico diluído (1 : 5), se agitan de vez en cuando por 5-6 horas; se filtra, se lava con otros 20-30 cm^3 de éter y al líquido etéreo se añaden 10-15 gotas de solución de bicarbonato sódico saturada en frío. La aparición de un color violeta señala la presencia de *cornezuelo de centeno* (Reacción de Hoffmann y Hilger).

e) Trátase la harina con agua alcalina: la aparición de puntos teñidos de violeta indica la existencia de *cornezuelo de centeno.*

f) Caliéntase la harina con potasa al 10 por 100; si existe *cornezuelo de centeno* se desprende un olor desagradable de trimetilamina.

Esta última reacción la dan también harinas averiadas en descomposición.

11. Rebusca de los polvos de madera.—A las harinas de inferior calidad, pero especialmente a las bajas semolinas para forraje, a los salvados y productos semejantes se agrega a veces como sofisticante aserrín de madera, polvo de corozo, películas de cacahuete, etc.

Para revelar el *aserrín de madera* se humedece la harina sospechosa, estratificada y comprimida en una cápsula de porcelana de fondo plano, con solución alcohólica al 0,1 por 100 de fluoroglucina, se acidula con ácido sulfúrico al 50 por 100, se calienta ligeramente y se observa si se forman puntos teñidos de carmín. Las partículas leñosas se coloran inmediatamente, mientras que los residuos corticales del trigo se tiñen solamente al cabo de cierto tiempo.

El *corozo* (fig. 38, Lám. V) se revela por la observación microscópica, que se lleva a cabo del siguiente modo: Trátase la harina con solución de sosa al 3 por 100, déjase todo en reposo durante ½ hora, se decanta el líquido, se lava el residuo con agua y se examina al microscopio. El corozo es fácilmente reconocible por su estructura característica, porque las células del albumen de esta semilla presentan un enorme engrosamiento de las paredes, por lo cual

(1) G. D IPPOLITO: *Staz. sper. agrar. italiane*, 1910, pág. 585.

su lumen queda muy reducido. Estos engrosamientos están a trechos interrumpidos por pequeños canales que van de una a otra célula (1).

Otro ensayo para descubrir el corozo se practica del siguiente modo (2): Agítanse 5 gr de harina en un embudo separador con cloroformo, y se deja en reposo por seis horas. Después de este tiempo, si en la harina existía corozo se hallará en el fondo del embudo, de donde se recoge para examinarlo al microscopio para confirmar su presencia, por haberse separado también, con el procedimiento indicado, las substancias minerales extrañas que pueden hallarse presentes.

12. Reconocimiento de las substancias minerales extrañas.— Pueden hallarse en las harinas arena o tierra procedente de imperfecta limpiadura, yeso, carbonato de calcio, y otras sales minerales (alumbre, sales de zinc, cobre, plomo) agregados en algunas prácticas de elaboración o procedentes de los aparatos de moltura del trigo.

La presencia de las substancias minerales se revela con los siguientes ensayos:

a) ARENA, TIERRA, YESO, CARBONATO DE CALCIO, ETC. — Agítanse en un tubo de ensayo 5 gr de harina con 25 cm^3 de cloroformo, se agregan algunas gotas de agua y se deja en reposo. La harina flota en la superficie, las substancias minerales extrañas se depositan en el fondo del líquido, y se caracterizan mediante el análisis sistemático, recogiéndolas aparte con auxilio de un embudito separador. También las harinas que contienen corozo (n. 11), tratadas del mismo modo dan lugar a la formación de un sedimento.

b) PLOMO, COBRE, ETC.—Reconócense, por los ordinarios métodos analíticos, en las cenizas preparadas quemando unos 200 gr de harina.

c) ALUMBRE.—Incinéranse 20 gr de harina como se ha indicado en el n. 6. Las cenizas se tratan con agua a la ebullición y se filtra; una pequeña porción de la solución acuosa se acidifica con ácido clorhídrico y se trata con cloruro de bario. Si la harina contenía alumbre, se obtendrá un precipitado blanco. Para asegurarse de que verdaderamente se trata de alumbre, se agrega a la restante solución acuosa cloruro amónico y amoníaco y se hierve por algún tiempo; un precipitado blanco, coposo, es indicio de la presencia de aluminio. Para confirmarlo se recoge el precipitado en un filtro, se disuelve en ácido clorhídrico, se trata la solución con ligero exceso de potasa, se filtra y al filtrado se agrega cloruro amónico: un precipitado blanco coposo atestigua la presencia de aluminio.

---

(1) E. BERTARELLI: *Accademia reale di medicina in Torino*, sesión del 23 de noviembre de 1906.

(2) J. GERUM: *Zeitschr. Nahr. u. Genussmittel*, V, 1914, pág. 392.

En las substancias minerales naturalmente contenidas en las harinas la alúmina no se encuentra, o está solamente contenida en pequeñísima proporción. La cantidad de alumbre que se suele a veces agregar a las harinas es de 0,3 por 100, correspondiente a 0,03 por 100 de óxido de aluminio.

d) Sales de zinc. — En un matraz de fondo redondo se tratan 25 gr de harina con 30 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado y 5-10 gr de sulfato de potasio, y se agita hasta que la masa esté carbonizada, lo cual ocurre, sin que se deba calentar, en unos 10 minutos. Se calienta luego el matraz con una llama pequeña, mientras se va agregando cada vez con tres intervalos de unos 10 minutos, 10 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado y al cabo de media hora otros 65 cm^3 del mismo ácido; auméntase la llama, y se calienta fuertemente bajo una chimenea para concentrar el conjunto, hasta que el líquido quede límpido. El residuo ácido, si no se ha reducido por lo menos a 20 cm^3, se concentra más en cápsula de platino y se diluye con agua, hasta unos 250 cm^3; oxídase con ácido nítrico, en caliente, el sulfato ferroso que podría existir, y después de enfriar, se agrega un exceso de amoníaco; filtrase, acidifícase el filtrado con ácido acético y se trata con hidrógeno sulfurado. Si se forma un precipitado blanco (sulfuro de zinc) se diluye el líquido con agua, se abandona por 24 horas, se recoge en un filtro, se lava con solución de ácido sulfhídrico y con agua que contenga nitrato amónico y se calcina sobre una llamecita, para pesarlo luego en forma de óxido de zinc.

También para la investigación de los demás metales es conveniente proceder a la destrucción de la substancia orgánica del modo expuesto, y determinarlos en la solución ácida diluída, con los ordinarios métodos analíticos.

13. Reconocimiento del blanqueo.—Se ha intentado el blanqueo artificial de las harinas para comunicarles mejor aspecto y aumentar su precio. Cuando se tenga la sospecha de que una harina se ha sometido al blanqueo, si éste se ha obtenido, como se practica de ordinario, por la acción del aire mezclado con óxidos de nitrógeno (bióxido de nitrógeno, etc.) se revela del modo siguiente:

Reactivo. — 0,5 gr de ácido sulfanílico y 0,1 gr de α-naftilamina se disuelven separadamente en caliente en 150 cm^3 de ácido acético (30 por 100) y luego se mezclan. Los recipientes en que se preparan las soluciones deben lavarse previamente con ácido acético; a veces al mezclar ambas soluciones resulta una débil coloración rosada, que se elimina agregando polvo de zinc; también se puede producir semejante coloración después de largo tiempo, pero se evita con la presencia de polvo de zinc.

Modo de operar. — Para el ensayo se ponen 3-5 gotas del reactivo descrito sobre la harina esparcida y comprimida en una superficie plana, como para el ensayo del color (n. 2) y se observa si se

produce coloración. En las harinas blanqueadas aparece una coloración entre rosa y roja a los pocos segundos; en ningún caso tarda en aparecer más de un minuto. Las harinas genuinas no se coloran ni aun al cabo de este tiempo (1).

14. Ensayos prácticos con respecto a la panificación.—Los más generalmente practicados son los siguientes:

a) AGUA DE EMPASTE.—Con este ensayo se determina el poder absorbente de 100 partes de harina con respecto al agua, y por lo tanto su aptitud para formar una pasta. Se verifica en el laboratorio del modo siguiente:

Cierta porción de harina, unos 100 gr, se pone en una cápsula de porcelana, y en la superficie harinosa se forma un hoyo valiéndose de una superficie convexa. Viértense allí 25 cm^3 de agua, y mediante una varilla de vidrio se mezcla la harina en contacto del agua, hasta obtener una pasta adherente a la varilla. Pásase la pasta a la palma de la mano tiznada de harina y se agrega más harina y se amasa todo hasta formar una pasta que no se adhiera a los dedos. Pésase la masa así obtenida y se calcula el agua de empaste mediante la fórmula: $A = \frac{2500}{P-25}$, en la que P es el peso de la pasta obtenida. El experimento debe hacerse 3 veces por lo menos, y tomar el promedio como resultado.

Con este ensayo sólo se obtienen valores relativos; para una determinación más aproximada a la práctica, hay que hacer el ensayo partiendo de mayor cantidad de agua, hasta unos 10 litros, amasándola con la cantidad necesaria de harina.

b) ENSAYO DE PANIFICACIÓN.—El ensayo de panificación de las harinas se practica del mejor modo operando sobre unos 10-15 Kg de harina, haciendo preparar el pan por persona experta en las condiciones de la industria.

Para ensayos de laboratorio puede hacerse uso de un hornillo de dobles paredes metálicas, con el espacio intermedio lleno de aceite mineral pesado, revestido de cartón de amianto, y calentado con lámpara de gas, en el cual se cuecen panecillos de 150-200 gr de peso, preparados amasando 1 Kg de harina con la cantidad requerida de agua (unos 500 cm^3), agregando cloruro de sodio a razón de 1 por 100, 20 gr de levadura de cerveza bien desleída en agua, y dejándola levar por dos horas en estufa a 30°-33° C.

Los panes preparados en una y otra forma se examinan en su aspecto exterior, y en su sección, para observar la porosidad, el espesor de la corteza, si ésta es más o menos adherente a la miga, etc., así como en sus caracteres organolépticos. Siendo normalmente una harina tanto mejor, desde el punto de vista de la

(1) BUCHWALD y NEUMANN: *Zeitschr. f. das ges. Getreidewesen*, 1909, pág. 135.

panificación, cuanto mayor es el volumen del pan que se prepara con 100 partes de harina, puede convenir determinar dicho volumen. A tal fin se preparan panes del modo descrito partiendo para cada uno de 100-200 gr de harina, que se amasa con agua, sal y levadura de cerveza en cantidad proporcional a la antes indicada, y se hace luego levar y cocer.

El *volumen* se determina por desalojamiento de cuerpos sólidos, como p. ej. bolas de vidrio o de plomo, pequeñas semillas (colza, mijo, etc.), operando del siguiente modo: Llénase con una de estas substancias, preferentemente con semillas, un gran embudo provisto de soporte y de aparato de cierre, y se dejan caer en una probeta de gruesas paredes y ancho cuello, de modo que quede llena. Rasando la superficie con una regla plana de madera, se mide el volumen que las semillas ocupan, vertiéndolas, mediante el embudo, en una probeta graduada. Conocido este volumen se vierte primero una porción de las semillas en la probeta ancha, de modo que quede bien lleno el fondo, se coloca encima el pan cuyo volumen se quiere determinar y se prosigue vertiendo las semillas hasta que rebosen del recipiente. Con la regla se hace caer el exceso y se vierten luego las semillas en la probeta graduada. La diferencia entre el volumen que ocupaban las semillas y el que ocupan ahora, cuando la probeta ancha contiene también el pan, da directamente en centímetros cúbicos el volumen del pan, que se refiere a 100 p. de harina.

EJEMPLO: Preparado un pan con 150 gr de harina, ha resultado tener un volumen de 600 cm^3; el volumen V del pan, referido a 100 gr de harina será:

$$V = \frac{600 \times 100}{150} = 400 \text{ cm}^3.$$

El ensayo de panificación verificado en pequeña escala en el laboratorio tiene sólo un valor relativo. El criterio más seguro para formar juicio sobre la harina en lo que afecta a la panificación es el de verificar la prueba en grande con 10-15 Kg de harina, en las condiciones de la industria.

15. Determinación de la celulosa.—Con el nombre de celulosa, y más generalmente con el de celulosa bruta, se entiende la parte que queda sin disolver cuando los cereales y los productos de su moltura, los forrajes, etc., son tratados con ácidos y álcalis de determinada concentración. Para su determinación se han propuesto diversos métodos, de los cuales se indican aquí tan sólo los dos más generalmente usados.

1. MÉTODO DE MILLON.—La determinación de la celulosa con este método comprende tres operaciones: *a*) la eliminación de las substancias grasas; *b*) el tratamiento con ácido clorhídrico (D = 1,025); *c*) el tratamiento con potasa diluída (aproximadamente 1 por 100).

a) *Eliminación de las substancias grasas.*—Para desengrasar la substancia se puede hacer uso de un aparato Soxhlet común, mas para proceder con mayor rapidez se pone una cantidad pesada (20 gr para las harinas comunes; 10 gr para las inferiores; 2,5-5 gr para los salvados) en un embudo de cuello corto, cuyo fondo está cubierto de cierta cantidad de una sal soluble (cloruro de sodio seco), y se lava primero con un poco de alcohol, y después con éter anhidro, hasta fluir éste incoloro y no dejar residuo al evaporarse; pásase el embudo por breve tiempo a la estufa de agua para expulsar el éter absorbido, y se prosigue así:

b) *Tratamiento con ácido clorhídrico* (D = 1,025).—Se pone el embudo que contiene la substancia y la sal sobre un matraz de unos 600 cm^3 de capacidad, y por medio de una varilla de vidrio se agujerea la masa y se hace caer todo en el matraz, lavando luego el embudo y el cuello del matraz con ácido clorhídrico de la densidad citada, empleando en conjunto 400 cm^3. Hiérvese con precaución con refrigerante de reflujo por media hora, agitando el líquido en la primera fase del caldeo, para evitar la sedimentación y consiguiente carbonización de grumos. Fíltrase el líquido caliente con filtro rápido (papel de filtro batido) y por último con ligera aspiración con la trompa, y se lava matraz y residuo, al principio con ácido de la concentración indicada y luego con un poco de agua caliente.

c) *Tratamiento con potasa.*—El residuo, obtenido en *b*, del tratamiento con ácido clorhídrico, se separa del filtro (sin que éste se rompa) con un chorro de agua caliente y se recoge, valiéndose de un embudo, en el matraz anteriormente utilizado; se agregan 50 cm^3 de solución de hidrato potásico al 5 por 100, y agua suficiente para formar 300 cm^3, se hierve por media hora y se filtra el líquido mantenido caliente sobre baño maría a través de un crisol de Gooch tarado, que tenga en el fondo una pequeña capa de amianto, un disco de porcelana taladrado, y una segunda capa de amianto. La filtración, bastante rápida al principio, va haciéndose generalmente más lenta; en tal caso se espera que esté filtrado todo el líquido contenido en el crisol, se remueve con un chorro de agua el residuo recogido, y se prosigue de tal modo la filtración. Lávase el residuo con agua caliente hasta que desaparezca la reacción alcalina del filtrado, se prosigue el lavado del residuo con un poco de alcohol y después con éter, se pasa el crisol a la estufa a 105° C. por dos horas, y se pesa. Así se obtiene la celulosa bruta, que contiene vestigios de substancias minerales; para tenerla libre de estas substancias se calcina el crisol y se repesa. De la diferencia entre las dos pesadas se deduce la cantidad de celulosa bruta exenta de substancias minerales, y se refiere a 100 partes de substancia.

2. Método de König.—Pónense 5 gr de substancia en un matraz provisto de aparato de reflujo y se trata a la ebullición por una

hora con 200 cm³ de glicerina al 85 por 100 aproximadamente (peso específico 1,23), que contenga el 2 por 100 de ácido sulfúrico concentrado. Déjase enfriar el líquido, agréganse 200 cm³ de agua destilada, se vuelve a calentar a la ebullición y se filtra el líquido caliente en crisol de Gooch o de alundo, con auxilio de la trompa. El residuo se lava con unos 400 cm³ de agua hirviente, después con alcohol y por fin con una mezcla de alcohol y éter hasta que el líquido pasa incoloro, se deseca en estufa a 105° por una hora y se pesa. Si se quieren tener en cuenta las substancias minerales contenidas en la celulosa así obtenida, se procede como se ha dicho en el método precedente.

16. Determinación de los hidratos de carbono (almidón, azúcar, dextrina, pentosanas).—Entre los hidratos de carbono que entran a formar parte de las harinas, o sea el almidón, el azúcar, la dextrina y las pentosanas, el contenido en mayor proporción es el almidón. Estos componentes se calculan generalmente por diferencia, después de haber determinado todos los demás componentes de la harina, es decir, agua, sales minerales, substancias nitrogenadas, grasas, celulosa, y se comprenden también bajo el nombre genérico de *substancias extractivas no nitrogenadas*. Pero si se desea verificar una determinación directa se siguen los métodos siguientes:

1. Determinación del azúcar.—5-10 gr de harina se agitan en matraz de litro con agua destilada; después de haber dejado posar se sifona el líquido, y sobre una parte alícuota del mismo, concentrándola si fuere necesario, se determinan con el licor de Fehling los azúcares reductores (V. Cap. Azúcares).

2. Determinación de la dextrina.—Una porción del líquido empleado en la determinación precedente se hidroliza con ácido clorhídrico de D = 1,125 (con lo que la dextrina se convierte en glucosa), se neutraliza y se determinan los azúcares como antes se ha dicho. La diferencia entre esta determinación y la de los azúcares verificada según 1 da el azúcar debido a la dextrina, el cual multiplicado por 0,9 da la dextrina contenida en la solución empleada.

Las determinaciones del azúcar en los casos comunes de la práctica sólo se verifican cuando se quiere conocer con precisión la composición centesimal de una harina o bien se quiera determinar el almidón por diferencia. La determinación de la dextrina puede ser útil cuando se quiere saber si una harina ha sido o no tostada.

3. Determinación del almidón.—Puede hacerse por los dos métodos siguientes:

a) *Por inversión.*—Pónense 2 gr de harina en un frasco de presión de Lintner-Rempel con 40 cm³ de agua, y se calientan a 130°-140° por tres horas en un baño de parafina. Déjase enfriar, y se vierte el contenido del frasco en un matraz de unos 250 cm³, se lava el frasco en varias veces con unos 40 cm³ de agua, que se vierten en el mismo matraz; agréganse al líquido 10-15 cm³ de ácido

clorhídrico (D = 1,10-1,12) y se hierve por media hora con reflujo. De esta suerte el almidón se transforma por completo en glucosa. Luego se hace enfriar rápidamente, se neutraliza con solución de potasa al 10 por 100, se agrega alguna gota de acetato de plomo para clarificar más prontamente el líquido, que luego se pasa a un matracito graduado de 200 cm^3, y se llena hasta enrase con las aguas de loción del primer recipiente. Después de haber dejado posar el líquido por breve tiempo, se filtra, y en el filtrado se determina el azúcar con licor de Fehling, con las precauciones de costumbre (Véase Cap. Azúcares), y se calcula como dextrosa.

De la dextrosa así hallada se resta la que se obtuvo en la determinación de la dextrina, como se ha expuesto antes; la diferencia multiplicada por 0,9 da el almidón contenido en la harina.

Según algunos autores, teniendo en cuenta que el azúcar y la dextrina entran a formar parte de la composición de las harinas en pequeña proporción, se suprime su determinación y se deduce el almidón de la dextrosa total, multiplicando por 0,9.

b) *Por vía polarimétrica.*—Según Lintner (1) se procede así: 2,5 gr del producto finamente dividido se deslíen completamente con 10 cm^3 de agua en una cápsula. Agréganse 15-20 cm^3 de ácido clorhídrico (D = 1,19) agitando hasta obtener una masa homogénea, se deja en reposo durante media hora, y se pasa todo agregando ácido clorhídrico (D = 1,125) a un matraz de 100 cm^3; defécase el líquido con 5 cm^3 de ácido fosfotúngstico al 4 por 100, se filtra, y el filtrado se observa en tubo de 20 cm en el polarímetro, a la luz amarilla del sodio.

Teniendo en cuenta que el poder rotatorio del almidón sacarificado en las condiciones señaladas se ha hallado experimentalmente igual a $\alpha_D = +202$, el tanto por ciento de almidón a contenido en la harina en examen vendrá dado directamente por $a = 9{,}90\ P$ siendo P la desviación leída en grados de círculo.

Si la observación se ha hecho en un sacarímetro Soleil-Wentzke (habiendo empleado un matraz Mohr para diluir el líquido hasta 100 cm^3) en lugar de un polarímetro, el tanto por ciento a de almidón será $a = 3{,}43\ R$, siendo R la rotación en grados sacarimétricos usando un tubo de 20 cm.

En la determinación polarimétrica del almidón se puede también usar para la sacarificación ácido sulfúrico, siguiendo las instrucciones dadas por Miller (2).

La determinación del almidón no tiene, en la mayor parte de los casos, gran importancia para el análisis de las harinas. Pero puede ser

---

(1) *Zeitschr. Unt. Nahr. u. Genussmittel*, XIV, 1907, pág. 205.

(2) *Zeitschr. f. das ges. Getreidewesen*, 1909, pág. 217 y *Ann. Labor. Chim. Centrale Gabelle*, VII, pág. 111.

útil, no sólo en el caso del análisis completo de las harinas sino también en el de los moyuelos, salvadillos y salvados, para conocer si de estos productos se ha separado toda o solamente parte de la harina.

4. DETERMINACIÓN DE LAS PENTOSANAS.—Síguese el método de Tollens-Krüger, basado en la transformación de las pentosanas en furfurol mediante destilación con ácido clorhídrico, y subsiguiente precipitación del furfurol con fluoroglucina. Por consiguiente el análisis comprende dos operaciones distintas:

a) *Formación y destilación del furfurol.*—La cantidad de substancia pesada (5 gr para las harinas, 3 gr para las de baja calidad, 1 gr para los salvados y salvadillos) se pone en un matraz de unos 300 cm^3 de capacidad; agréganse 100 cm^3 de ácido clorhídrico (D = 1,06), ciérrase el matraz mediante un tapón con dos orificios; a través de uno de ellos se hace pasar un tubo que se une a un refrigerante descendente; a través del otro se hace pasar un embudo de llave; caliéntase el matraz en baño de aceite mantenido a la temperatura de 150° C. El líquido entra en ebullición y destila junto con el furfurol procedente de las pentosanas. Una vez recogidos 30 cm^3 de líquido destilado se agregan al matraz mediante el embudo de llave 30 cm^3 de ácido clorhídrico (D = 1,06) sin interrumpir la destilación, se recogen otros 30 cm^3 de destilado, que se juntan a los precedentes, y se prosigue de igual modo hasta que todo el furfurol ha sido destilado; lo cual se comprueba poniendo en un papel de filtro una gota del último destilado junto a otra de una solución de acetato de anilina (9 partes de anilina incolora y 6 partes de ácido acético). Si no se produce una coloración roja, el furfurol está completamente destilado, en caso contrario, se prosigue la destilación hasta desaparición de la reacción del furfurol.

b) *Precipitación de la fluoroglucida.* — El líquido destilado se trata con fluoroglucina purísima disuelta en ácido clorhídrico (D = 1,06) en cantidad aproximadamente doble de la del furfurol cuya presencia se presume, o sea 0,2 gr para las harinas comunes, 0,4 gr para los moyuelos y salvados, se agrega más ácido clorhídrico (D = 1,06) hasta completar el volumen de 400 cm^3, se agita con una varilla de vidrio y se deja en reposo por 15-18 horas. Para tener la certidumbre de que todo el furfurol ha sido precipitado, se trata al cabo de 3 horas una gota del líquido sobre papel de filtro con una gota de la mencionada solución de acetato de anilina; si no se produce una coloración roja, el furfurol está completamente precipitado, mas si aquélla se produjese habría que añadir otro poco de fluoroglucina. El precipitado formado se recoge en un filtro tarado y secado a 100° C, se lava empleando en total 150 cm^3 de agua, se enjuga primero entre papel de filtro, luego en estufa de agua por 3-4 horas, y se pesa.

c) *Cálculo de las pentosanas.*—Calcúlase primero el furfurol

correspondiente a la fluoroglucida pesada, dividiendo este peso por el divisor más próximo al mismo indicado en la siguiente tabla:

Fluoroglucida pesada gr.	Divisor para el cálculo del furfurol	Fluoroglucida pesada gr.	Divisor para el cálculo del furfurol
0,20	1,820	0,34	1,911
0,22	1,839	0,36	1,916
0,24	1,856	0,38	1,919
0,26	1,871	0,40	1,920
0,28	1,884	0,45	1,927
0,30	1,895	0,50	1,930
0,32	1,904	0,60	1,930

Del peso del furfurol se deducen las pentosanas mediante la fórmula:

$$(\text{Furfurol} - 0{,}0104) \times 1{,}88 = \text{Pentosanas.}$$

Tollens y Krober compilaron una tabla completa para pasar del peso de la fluoroglucida al del furfurol, y según los casos al de la arabinosa, arabana, xilosa, xilana, pentosa, pentosana (1).

Aplicando el método de Tollens-Krüger antes descrito para la determinación de las pentosanas en los productos de la moltura del trigo, se ha comprobado que en la destilación del furfurol es a veces preciso recoger hasta más de 400 cm³ del líquido destilado antes de dejar de producirse la reacción del furfurol. En tal caso la porción que destila después de haber recogido 400 cm³ se trata aparte con una pequeña cantidad de fluoroglucina, se pesa por separado el precipitado de fluoroglucida y se agrega al obtenido en la precipitación del primer destilado.

17. Determinación del nitrógeno.—Determínase por el método de Kjeldahl-Ulsch, tratando unos 2 gr de harina con 20 cm³ de ácido fosfosulfúrico y procediendo como está descrito en el Cap. Abonos (V. tomo I, pág. 166). Multiplicando el nitrógeno por ciento así obtenido, por 6,25, se tienen las *substancias nitrogenadas* en general o *substancias proteicas*.

Las substancias proteicas de las harinas se suelen distinguir según su comportamiento con respecto al alcohol de 70°, en gliadina (las solubles) y glutenina (las insolubles).

La *gliadina* se determina directamente sobre la harina tratando 10 gr con 100 cm³ de alcohol de 70° en una probeta de vidrio de tapón esmerilado, y agitando con frecuencia durante todo el día. Déjase en reposo por la noche, agítase nuevamente a la mañana siguiente, y cuando la harina se ha sedimentado se filtra. Sobre 50 cm³ del fil-

(1) C. Ravenna: *Analisi chimica agraria e bromatologica*, Bolonia, página 328.

trado se determina el nitrógeno total por evaporación en presencia de algunas gotas de ácido fosfosulfúrico, agregando el resto de ácido cuando la evaporación es casi completa, y procediendo según Kjeldahl-Ulsch del modo indicado. Del tanto por ciento de nitrógeno hallado se deduce la gliadina por medio del factor 6,25 y se refiere a las substancias nitrogenadas totales. La *glutenina* se calcula por diferencia.

Habíase admitido que de la proporción entre gliadina y glutenina dependían las cualidades panificables de una harina: pero no en todos los casos se verifica así.

18. Determinación de las substancias grasas.—Para la determinación de las grasas conviene emplear harina seca; pésanse 5 gr de la harina precedentemente desecada en estufa a 105°, o bien se pesan 6 gr de harina húmeda y luego se mantienen en la estufa a 105° por 4 5 horas.

La extracción de la grasa se verifica mediante uno de los comunes aparatos de extracción mezclándola con una cantidad igual de arena silícea y empleando como disolvente éter sulfúrico anhidro o éter de petróleo.

El peso de grasa hallado se refiere luego a 100 partes de harina húmeda o seca mediante una simple proporción.

Los resultados que se obtienen de este modo son suficientemente exactos para los casos analíticos comunes; consíguese mayor exactitud procediendo como se describe en Pan (V. art. Pan). Las substancias grasas varían en las harinas paralelamente a las cenizas.

19. Determinación del ácido fosfórico.—La determinación cuantitativa se verifica sobre las cenizas obtenidas quemando 25 gr de harina, en presencia de 1 gr de una mezcla de 1 parte de nitro y 3 partes de carbonato sódico, y procediendo del mismo modo descrito en Vinos (V. Cap. Vinos). El resultado se expresa en anhídrido fosfórico.

El anhídrido fosfórico varía en las harinas como las cenizas.

***

Los caracteres de las *Harinas de trigo para la panificación* y los límites de sus distintos componentes se señalan a continuación. Adviértase que los datos se refieren a harinas con contenido normal de agua (13 por 100).

Caracteres organolépticos.—La harina debe ser suave al tacto, de olor y sabor agradables, sin resabio de rancia o de moho, y no debe contener ácaros u otros parásitos.

Color.—Las harinas de las marcas superiores y las destinadas a pastelería tienen un color blanco ligeramente amarillento; las destinadas a la panificación presentan distintos grados de blancura, según su finura, y las inferiores son blanco-sucias o grises.

Prueba de cernido.—Las harinas no deben dejar residuo apreciable sobre un tamiz de 46 mallas por centímetro, exceptuando el caso de harinas granuladas.

Examen microscópico.—Las harinas no deben contener elementos de substancias extrañas al trigo, y menos aún de semillas nocivas (cizaña, neguillón, trigo vacuno, cornezuelo de centeno, etc.).

Agua.—Oscila entre 10 y 15 por 100, pero más generalmente entre 12 y 14 por 100.

Cenizas y substancias minerales.—Varían con el grado de finura, es decir, según que la harina haya sido mejor o peor privada del salvado, y por lo tanto según el sistema de moltura empleado al prepararla. Cuando se produce un tipo único de harina, por ejemplo, al grado de extracción de 70-80 por 100, el contenido medio de cenizas es aproximadamente de 0,7-0,8 por 100 (0,80-0,92 por 100 sobre la substancia seca), y en cambio, si como sucede en los modernos sistemas de molienda, se producen diversas marcas o tipos de harinas (diferentemente numerados según los molinos), el contenido en cenizas, de un valor mínimo que puede descender hasta 0,30 por 100 (0,34 por 100 sobre la substancia seca), aumenta generalmente en las diversas marcas hasta 1 por 100 (1,15 por 100 sobre la substancia seca).

Las cenizas obtenidas de las harinas son casi completamente solubles en ácido clorhídrico. La parte insoluble, constituída por arena y tierra, no ha de exceder de 0,3 por 100 de la harina. Las cenizas están constituídas casi por 50 por 100 de anhídrido fosfórico, y el resto por óxido de potasio, de calcio, magnesio, sodio, y hierro, y vestigios de sílice y cloro.

Entre las substancias minerales no deben hallarse presentes el plomo, el cobre, el zinc, el alumbre.

Gluten.—Es de color amarillento o gris claro, de olor agradable, tenaz y elástico; debe dejarse estirar en todos sentidos sin romperse, y recobrar luego su forma primitiva. Estas propiedades, que están en relación con una mejor o peor aptitud de la harina para la panificación, las presentan en grado eminente los glútenes de las harinas que tienen menor proporción de cenizas; al aumentar esa proporción, el gluten aparece más obscuro, menos tenaz y menos elástico. La cantidad de gluten seco contenido en las harinas varía generalmente entre 8-12 por 100 (9-13,7 por 100 sobre la substancia seca), según la calidad y la cosecha de los trigos empleados; a veces hasta puede pasar de 12 por 100 (13,7 por 100 sobre la substancia seca).

Acidez.—Aumenta al aumentar las cenizas; pero no está solamente en relación con la proporción de éstas, sino sobre todo con la edad y con el estado de conservación de las harinas; las recientes son muy poco ácidas; las viejas alteradas o mal conservadas son mucho más ácidas. Las harinas recientes tienen una acidez comprendida entre 0,04 y 0,08 por 100 (0,046 y 0,090 sobre la substancia seca) expresada en ácido sulfúrico y determinada por el método precedentemente expuesto (n. 8); en ningún caso debe ser superior a 0,10 por 100 (0,115 por 100 sobre la substancia seca). En las harinas viejas o mal conservadas la acidez excede de los límites señalados.

Ensayo práctico con respecto a la panificación:

a) Agua de empaste.—El agua de empaste o el poder absorbente para el agua llega por término medio a 60 por 100 en las harinas normales. Las buenas harinas dan una masa elástica, que se deja estirar y que conserva aparentemente su forma aun abandonada por 24 horas. Las harinas alteradas dan una pasta que fácilmente se rompe si se estira; al cabo de breve tiempo de haberla amasado, su superficie se vuelve brillante; y más tarde toda la masa se vuelve viscosa y pierde la forma primitiva.

b) Prueba de panificación.—Un criterio sobre la bondad de una harina lo da el volumen del pan que puede dar, referido a 100 partes de harina.

La buena harina da un pan de volumen no inferior a 400 cm^3 por 100 gr de harina; el pan debe ser poroso, sabroso, de corteza clara y miga medianamente morena; la harina que da un pan de escaso volumen, nunca es buena.

Celulosa (determinada por los métodos descritos en el n. 15).—En las harinas de las primeras marcas la celulosa no pasa de 0,3 por 100 (0,34 por 100 sobre la substancia seca); y aumenta gradualmente en las siguientes marcas, para llegar, en las harinas de elevado tenor en cenizas, a 1 por 100 (1,15 por 100 sobre la substancia seca). No deben existir polvos de madera, corozo y demás.

Hidratos de carbono solubles (azúcares, dextrina).—Aumentan al aumentar las cenizas, manteniéndose entre 0,8 y 2 por 100 (0,9-2,30 por 100 sobre la substancia seca).

Almidón.—Varía en sentido inverso de las cenizas, substancias nitrogenadas, substancias grasas, celulosa e hidratos de carbono solubles. Hállase en mayor proporción en las harinas con bajo tanto por ciento de cenizas, variando de 60 a 72 por 100 (68-82 por 100 sobre la substancia seca).

Pentosanas.—Aumentan en el mismo sentido que las cenizas y la celulosa, su contenido es notable y está comprendido entre 3 y 5 por 100 (3,4-3,7 por 100 sobre la substancia seca).

Substancias nitrogenadas (deducidas del tanto por ciento de nitrógeno con el factor 6,25).—Están en relación con el tanto por ciento de gluten seco, pero generalmente tienen un valor más elevado de 0,5-1 por 100 referidas a las harinas.

Substancias grasas.—Varían en el mismo sentido que las cenizas; su proporción está generalmente comprendida en las primeras marcas entre 0,5-1 por 100 (0,57-1,15 por 100 sobre la substancia seca), y en las marcas siguientes entre 1-2 por 100 (1,15-2,30 por 100 sobre la substancia seca).

***

Los *Bajos productos* de la moltura del trigo tierno están representados por las harinillas o harinas para el ganado, moyuelos, salvadillos y salvados.

Las harinillas, procedentes de la primera rotura, tienen aspecto de harinas, pero son de color blanco sucio, con tendencia al moreno, conteniendo las impurezas ocultas en el surco del grano, y pasan a través de un fino cedazo. Las verdaderas harinillas procedentes de las últimas remolturas y subsiguientes cernidos tienen en diverso grado color más obscuro que el de las harinas inferiores, algunas pasan completamente a través de un fino cedazo, y otros contienen proporciones variables de elementos de salvado, que se separan por el tamizado. A veces con otros nombres se distinguen productos intermedios entre las harinillas inferiores y los moyuelos. Los *Moyuelos* tienen un grano fino, color más obscuro que el de las harinillas y no pasan más que en proporción mínima a través de un fino cedazo. Los *Salvadillos* tienen aspecto más grueso que los moyuelos mientras los *Salvados* se distinguen netamente por su aspecto escamoso uniforme.

El contenido de estos bajos productos en cenizas depende principalmente, como en las harinas, del método de moltura y del rendimiento. La proporción de cenizas en las harinillas verdaderas puede considerarse comprendida entre 1 y 2,5 por 100 (1,15-2,87 por 100 sobre la substancia seca); esa proporción oscila por lo tanto entre límites más amplios que en las harinas y depende del rendimiento en harina y en bajos productos. Las harinillas resultantes de mezclas con moyuelos remolidos pueden tener un tanto por ciento de cenizas aun más elevado que las harinillas verdaderas. Los salvadillos y los salvados contienen por término medio 5 por 100 de cenizas (5,74 por 100 sobre la substancia seca).

Las harinillas de escasa riqueza en cenizas dan un *gluten* teñido de moreno, poco tenaz y poco elástico, y por lo tanto difícil de recoger; las harinillas de elevado tenor en cenizas, los salvadillos y los salvados no dan verdadero gluten.

La *acidez* de las harinillas, salvadillos y salvados bien conservados es de 0,10 a 0,5 por 100 (0,11-0,57 por 100 sobre la substancia seca) en ácido sulfúrico.

La *celulosa* aumenta de las harinillas a los salvados y está contenida en estos productos en cantidad notablemente más elevada que en las harinas; en las harinillas puede admitirse que está comprendida entre 1 y 3 por 100 (1,15-3,44 por 100 sobre la substancia seca); en los salvadillos entre 4-8 por 100 (4,60-9,20 por 100 sobre la substancia seca); en los salvados 10 por 100 (11,50 por 100 sobre la substancia seca).

Los *hidratos de carbono solubles* están en proporción más elevada que en las harinas: más de 2 por 100 (2,3 por 100 sobre la substancia seca).

El *almidón* de las harinillas está por debajo de 60 por 100 (68 por 100 sobre la substancia seca); disminuye en los salvadillos y aun más en los salvados.

Las *pentosanas* están contenidas en considerables proporciones; en las harinillas 5-10 por 100 (5,74-11,5 por 100 sobre la substancia seca); en los salvadillos aproximadamente 18 por 100 (20 por 100 sobre la substancia seca); en los salvados hasta 30 por 100 (34 por 100 sobre la substancia seca).

Las *substancias nitrogenadas* están contenidas en los bajos productos en proporciones más altas que en las harinas.

Las *substancias grasas* están en proporción mayor en las harinillas que en las harinas; y aun pueden hallarse mayores cantidades en los salvadillos y en los salvados.

Por lo que respecta a la composición, así de las diversas marcas de harinas como de los bajos productos, y también en relación con su rendimiento por 100 partes de trigo, puede verse la tabla V en la pág. 96.

***

Las *Semolinas* provenientes de la molienda de los granos duros, y que se emplean en la fabricación de las pastas alimenticias, tienen un grano uniforme, distinto para los diversos tipos o marcas (clasificados con números o letras); son de color amarillento y están totalmente exentas de parte harinosa, de modo que al tocarlas no manchan los dedos de harina.

Las *Semolinas inferiores* tienen un grano más fino y no uniforme y su color tiende al blanquecino, contienen siempre una porción harinosa que puede llegar a ser considerable.

La *composición de las semolinas* es aproximadamente la misma que la de los correspondientes productos de moltura del grano tierno. No obstante es algo más elevada la proporción de cenizas y mayor la de substancias nitrogenadas, especialmente en las semolinas provenientes de algunas clases de grano duro (Taganrog).

Con respecto a la composición de los diversos productos de la moltura del grano duro, se hallará un ejemplo en la tabla V de la pág. 96.

***

Además de la harina de trigo, tienen importancia comercial las *Harinas de centeno, maíz* y *dura* o *zahina*.

Estos productos tienen los siguientes caracteres externos:

La *Harina de centeno* es de color que tiende al azulado si se trata de harina de primera calidad; las harinas inferiores tienen un tono de color amarillento; su olor es característico.

TABLA V.

Ejemplo de la composición de los productos de la molienda de granos tiernos y duros (1).

	PRODUCTOS	Rendimiento %	Agua %	Cenizas %	Gluten seco %	Celulosa %	Almidón %	Substancias nitrogenadas %	Substancias grasas %	Hidratos de carbono solubles y substancias indeterminadas %	Acidez % en ác. sulfúrico	Gliadina % de substancias nitrogenadas
GRANOS TIERNOS	Grano tierno	—	13,00	1,66	—	2,46	54,50	13,97	1,22	13,19	—	—
	Harina granulosa	25	13,00	0,48	12,46	0,25	66,14	12,66	0,71	6,76	0,03	55,6
	Harina n. 1	25	13,00	0,53	12,95	0,22	65,57	13,57	0,72	6,59	0,04	54,4
	» n. 2	15	13,00	0,88	13,33	—	64,26	13,88	0,83	6,73	0,06	54,4
	» n. 3	9	13,00	0,97	13,38	1,16	61,69	14,29	1,57	7,32	—	48,6
	Salvadillo	10	13,00	3,44	—	4,41	—	20,49	2,94	—	0,42	—
	Salvado	14	13,00	4,35	—	9,42	—	16,65	1,93	—	0,35	—
	Grano tierno	—	13,00	1,68	—	1,91	60,25	11,98	1,16	10,02	—	—
	Harina granulosa n.0	2	13,00	0,35	10,19	0,09	70,79	10,88	0,53	4,36	0,02	49,8
	» » » 1	9	13,00	0,37	9,94	0,11	70,50	10,68	0,54	4,80	0,02	51,4
	Harina n. 00	1	13,00	0,36	8,74	0,08	72,69	9,44	0,63	3,80	0,02	53,8
	» » 0	7	13,00	0,40	8,59	0,09	72,31	9,48	0,60	4,12	0,02	49,7
	» » 1	51	13,00	0,58	10,39	0,19	68,81	11,11	1,21	5,10	0,06	48,6
	Harinilla	4	13,00	2,50	—	1,55	50,26	15,41	3,41	13,87	0,22	—
	Harinilla inferior	3	13,00	4,22	—	5,27	27,78	16,41	4,15	29,17	0,44	—
	Salvadillo	8,5	13,00	4,57	—	5,75	—	17,62	3,81	—	0,46	—
	Salvado	9	13,00	6,36	—	7,75	—	15,09	1,91	—	0,30	—
	Grano tierno	—	13,00	1,54	—	2,04	58,78	12,24	1,24	11,16	—	—
	Harina n.º 00	10	13,00	0,32	8,94	0,08	73,71	9,48	0,75	2,66	0,04	59,5
	» A.	10	13,00	0,37	10,07	0,09	69,93	10,73	0,70	5,18	0,05	54,0
	» B.	15	13,00	0,49	10,95	0,17	68,51	11,51	0,95	5,37	0,07	55,6
	» C.	38	13,00	0,67	11,03	0,27	67,54	11,31	1,06	6,15	0,07	51,9
	Harinilla	5	13,00	2,25	—	1,32	49,70	18,23	3,69	11,81	0,44	—
	Salvadillo	12	13,00	4,58	—	5,81	—	17,66	5,61	—	0,57	—
	Salvado	10	13,00	5,55	—	9,29	—	14,33	2,28	—	0,31	—
GRANO DURO	Grano duro	—	13,00	1,71	—	2,04	53,17	15,98	0,83	13,27	—	—
	Semolina n. 1	50	13,00	0,68	13,60	0,19	65,29	14,66	0,51	5,67	0,06	40,5
	» » 2.	9	13,00	1,01	15,58	0,29	61,19	16,25	0,85	7,41	—	46,6
	» » 3.	3	13,00	1,03	15,32	0,41	60,78	16,29	0,98	7,51	—	47,5
	Harinilla » 1.	10	13,00	1,24	—	0,39	57,55	15,64	1,20	10,98	0,23	43,1
	» » 2.	3	13,00	1,83	—	0,83	53,17	17,60	1,95	11,62	0,23	40,4
	Harinilla inferior	2	13,00	3,02	—	3,75	40,45	17,93	2,26	19,59	0,36	30,4
	Salvadillo	9	13,00	4,34	—	6,79	—	17,50	3,30	—	0,65	—
	Salvado	10	13,00	4,63	—	9,51	—	17,00	1,56	—	0,71	—

(1) G. SILVESTRI y G. SAVINI: Contribución al estudio de los productos de la moltura del grano. *Ann. Lab. Chim. Centrale Gabelle* Vol. VII, pág. 111.

La *Harina de maíz* se presenta diferentemente según la clase de maíz de que proviene. La más común es granada y de color amarillo más o menos subido; la procedente del maíz blanco es también blanca, y se emplea a veces para sofisticar la harina de trigo. El contenido en agua no debe pasar de 14-15 por 100.

La *Harina de dura* es de color blanco amarillento, fina y suave al tacto.

Con respecto a la composición de estas harinas, véase la siguiente tabla.

TABLA VI. — **Ejemplo de la composición de harinas de otros cereales.**

PRODUCTO	En 100 partes de substancia seca						
	Cenizas %	Substancias nitrogenadas %	Substancias grasas %	Celulosa %	Substancias extractivas no nitrogenadas %		
					Determinadas directamente		
					Almidón	Azúcares	Pentosanas
Harina de centeno (Rendimiento 0-30) (1)	0,46	6,70	0,69	0,07	81,53	4,65	3,55
Harina de cent. (Rendimiento 30-70 %) (1).	0,94	11,00	1,43	0,40	69,18	7,18	5,25
Harina de cent. (Rendimiento 60-65 %) (1).	1,74	14,47	2,29	0,93	60,27	8,98	7,02
					Determinadas por diferencia		
Harina de maíz amarillo 1.ª clase (Italia) (2)	1,55	11,25	4,43	1,70	81,07		
Harina de maíz molido por el sistema Sheppard (2)	0,61	13,43	1,32	0,39	83,58		
Harina de maíz gruesa (3)	0,45	11,22	1,03	0,52	86,78		
Harina de maíz fina (3).	0,70	10,47	2,52	0,61	85,70		
» de maíz de grano desgerminado, molido en cilindros, cernida (3)	0,51	8,84	1,16	0,74	88,75		
Harina de maíz blanco de granos desgerminados, molido en cilindros, cernida (3) .	0,60	8,08	1,67	0,81	88,84		
Harina de maíz blanco tipo corriente (3) . .	1,46	9,90	4,44	1,45	82,75		
Harina de zahina (integral (4)	1,29	10,43	3,59	1,36	82,53		

(1) M. P. NEUMANN: *Brotgetreide u. Brot*, pág. 217, Berlín, 1914.

(2) A. CELLI: *Manuale dell'Igienista*, Vol. I, parte 1.ª, pág. 415, Turín, 1911.

(3) WINTON A. L.: BURNET W. C. y BORMANN J. B.: *Departement of Agriculture Washington, Bulletin* n. 215, pág. 31, Washington, 1915.—*Bolletino mensile di informazioni agrarie, etc. (Istituto internazionale di agricoltura)*, VI, pág. 1167.

(4) M. TORTELLI: *Ann. Labor. Chim. Centrale Gabelle*, Vol. II, pág. 277.

PAN

Las diversas clases de pan dependen esencialmente de la calidad de la harina empleada, del modo de preparación y del grado de cochura. El pan de trigo que comúnmente se consume puede ser *Pan blanco*, *Pan moreno*, *Pan negro*, según el grado de cernido de las harinas con que se ha preparado. Otros tipos de pan de trigo son el *Pan de munición*, preparado en Italia con harina al grado de extracción del 80 por 100, el *Pan integral* y otros semejantes, preparados con grano molido, sin cernido, o sólo parcial, de la harina.

Los panes preparados con otros cereales toman generalmente los respectivos nombres de los cereales de que provienen; así se tienen los panes de centeno, avena, cebada, maíz (borona en Asturias), etc. Existen además los panes mixtos preparados con mezclas de harinas de diversos vegetales.

El análisis del pan tiene por objeto establecer si se trata de un pan bueno o nocivo desde el punto de vista higiénico.

Para resolver esta cuestión es preciso proceder a un análisis completo; sin embargo, en la mayor parte de los casos, son suficientes: el examen de los caracteres organolépticos, el examen microscópico, la determinación del agua, de las cenizas, del gluten, de la acidez, la rebusca de las substancias extrañas, etc. (V. n. 1, 2, 3, 4, 5, 6, 9, 13, 14, 15); otras investigaciones complementarias pueden ser las de la celulosa, de las substancias grasas y del nitrógeno (V. n. 8, 10, 11, 12).

Los métodos que deben seguirse para las determinaciones y reconocimientos mencionados, están descritos a continuación.

Toma de la muestra.—Deben tomarse panes enteros, determinar en seguida el correspondiente peso, y envolverlos a ser posible en papel pergamino, tomando nota de la hora de salida del horno y de la de toma de muestra.

1. Caracteres organolépticos.—Los principales caracteres organolépticos del pan son el sabor y el olor, de los que se debe apreciar si son agradables, ácidos, etc. Además hay que examinar el aspecto de la miga, si es blanda, porosa, elástica, homogénea y bien adherida a la corteza, si observada con una lente presenta manchas coloradas o vestigios de mohos, si es más o menos blanca y si contiene en número mayor o menor elementos corticales de la semilla.

En cuanto al color, apréciase en la sección, por comparación con un pan de trigo establecido, si es más o menos obscuro.

2. Determinación de la densidad aparente. — La densidad aparente del pan, estrechamente relacionada con el volumen de los poros, se determina dividiendo el peso del pan, o el de una porción

determinada de miga, por el correspondiente volumen. A este fin se puede seguir uno de los siguientes procedimientos:

1. Pésase un pan entero, se embadurna de manteca fundida o de un barniz de gutapercha, y se sumerge en un recipiente lleno de agua; el agua que rebosa del vaso se recoge en un recipiente situado debajo del primero, y se pesa. El peso del pan, dividido por el peso del agua desalojada, da la densidad aparente del pan (1).

2. Se corta una rebanada de pan de unos 2,5 cm de espesor, se deja secar al aire hasta que haya tomado cierta consistencia, y mediante un aparato de taladrar tapones se sacan de la rebanada cinco o seis cilindritos. Iguálase la altura de estos cilindros, se desecan a 100°, se pesan uno por uno y se calcula el peso medio de un cilindro. Luego se halla el valor del volumen medio del cilindro multiplicando el área de su base por la altura (el área de la base se deduce del diámetro interno del taladratapones). Por fin dividiendo el peso medio por el volumen resulta la densidad aparente del pan (2).

Estas determinaciones sólo tienen valor cuando los poros están distribuídos uniformemente, y no se han formado, durante la cocción, huecos anormales.

3. Examen microscópico.—Sirve para revelar si el pan ha sido preparado con sólo harina de trigo o si contiene otras harinas extrañas. El examen se lleva a cabo sobre la miga, eligiendo las porciones menos cocidas, o a ser posible los grumos o nódulos de pasta que a menudo se encuentran en la miga del pan, especialmente del ordinario. Las porciones elegidas se deslíen bien en agua y se procede a la observación al microscopio. Un método cómodo y de óptimos resultados es el siguiente:

Pónese un pequeño fragmento de miga, del tamaño de una cabeza de alfiler, sobre el portaobjetos, se moja con una gota de agua, y después de haber colocado el cubreobjetos, se aprieta con la yema de un dedo, y se mueve con cuidado en sentido rotatorio. De este modo, los gránulos de almidón menos alterados se separan y sitúan en la parte más externa de la preparación, donde pueden examinarse con facilidad. Así se han obtenido las preparaciones para las microfotografías n. 33 y 34 de la Lám. V, correspondientes a pan de trigo puro, y de las cuales la 33 es de un pan de munición y la 34 de un panecillo de lujo.

En la práctica se ha comprobado que en el pan de trigo de cualquier forma, existe siempre cierta cantidad de gránulos de almidón aun poco alterados para permitir con seguridad su reconocimiento, y que además los gránulos de almidón de trigo, en su deformación

(1) Mrnicanti y Prausnitz: *Staz. sper. agrar. italiane*, 1899, pág. 491.
(2) Scala. *Staz. sper. agrar. italiane*, 1899, pág. 489.

por hinchamiento o rotura, nunca presentan cavidades o hendeduras que puedan ser motivo de confusión con otros gránulos, p. ej. los del almidón de centeno.

Así, con el examen microscópico de los gránulos de almidón es posible reconocer si un pan de trigo contiene centeno, o si además están presentes almidones de patata, maíz y legumbres. Mucho más difícilmente puede ser utilizado para establecer la existencia de la cebada, avena o arroz, cuyos gránulos de almidón, por el hinchamiento y las deformaciones que experimentan, no se pueden fácilmente distinguir de los que componen la harina de trigo.

Claro está que también para el pan, el examen microscópico deberá extenderse a los elementos corticales que se pueden recoger sin dificultad si el pan es rico en salvado, o que se obtendrán reunidos tratando el pan a la ebullición con ácido clorhídrico diluído, como se ha dicho en la pág. 72 para el examen de las harinas.

4. Determinación de la corteza y de la miga y preparación de la muestra para el análisis. — La primera determinación que debe hacerse sobre el pan es la de la cantidad relativa de corteza y de miga de que esté formado. Pésase un pan entero, y luego, por medio de un cuchillo se separa, lo mejor y más rápidamente posible, la miga de la corteza y en seguida se pesan una y otra, o bien se pesa sólo la corteza y se calcula la miga por diferencia.

Conocidas así las cantidades de corteza y de miga contenidas en el pan en examen, se toman cantidades proporcionales, hasta obtener una muestra de 100 gr al menos; pónese a secar en estufa a 100°-105° por 2-3 horas y se tritura en un mortero hasta reducirla a polvo homogéneo. Este polvo se guarda en un desecador de ácido sulfúrico y a medida que se van tomando las diversas porciones necesarias para las distintas determinaciones, antes de pesarlas se vuelven a mantener por unas 2 horas en la estufa a 100°-105°. Las pesadas deben efectuarse en seguida y rápidamente para evitar la absorción de humedad.

De igual manera se prepara la muestra de corteza y miga separadamente.

5. Determinación del agua.—Determínase sobre el pan entero o separadamente sobre la corteza o sobre la miga. La mejor manera de determinar el agua en el pan entero consiste en dividir el pan, tanto si su forma es redondeada como si es alargada, en cuatro partes mediante dos cortes en cruz; una de estas partes se pesa, y subdivide mediante un cuchillo de filo bien cortante en delgadas rebanadas, las cuales, junto con las migas que se producen por el corte, se ponen en un recipiente de vidrio tarado y se desecan en estufa de aire a 105-110° por 7-8 horas. Déjase enfriar en desecador y se pesa rápidamente en balanza técnica sensible al medio centi-

gramo. La pérdida de peso, que corresponde al agua, se refiere a 100 gr de substancia.

Si se quiere determinar la cantidad de agua contenida en el pan en el acto de tomar la muestra, hay que conocer el peso del pan entero en aquel momento y en el momento del análisis. La pérdida de peso, que representa el agua evaporada entre el tiempo de tomar la muestra y el del análisis, se refiere a 100 partes y se suma al tanto por ciento de agua antes hallado.

6. Determinación de las cenizas.—Determínanse sobre la muestra preparada como se ha dicho en el n. 4, o sólo sobre la miga.

Procédese de diverso modo según que el pan sea salado o no, lo que se reconoce ya por el sabor, o bien con un ensayo cualitativo que se verifica carbonizando unos 10 gr de miga seca en cápsula de platino, lexiviando la masa carbonosa con agua destilada y caliente, filtrando y después de acidular con ácido nítrico, tratando con nitrato de plata. Si no se ha agregado cloruro de sodio sólo aparecerá un ligero enturbiamiento del líquido.

Según los resultados del ensayo se procede a la determinación cuantitativa de las cenizas por uno u otro de los siguientes métodos:

a) En ausencia de cloruro de sodio.—10 gr de pan o de miga seca preparada como se ha dicho en el n. 4 se incineran en mufla al rojo obscuro siguiendo las indicaciones hechas en el art. Harinas, n. 6; las cenizas obtenidas se pesan y se refieren a 100 p. de substancia.

b) En presencia de cloruro de sodio.—5 gr de pan pulverizado (como una sémola), bien desecado a 105°, se ponen en un vaso y se vierten 30-40 cm³ de agua destilada fría, agítase por algún tiempo, luego con un delgado chorro de agua se recoge en el fondo el polvo de pan adherido a las paredes, y se deja en digestión desde la tarde hasta la mañana siguiente. Fíltrase por filtro rápido, exento de cenizas; se lava el depósito dos o tres veces por decantación con agua destilada y fría, pásase todo el residuo al filtro, y se prosigue el lavado hasta recoger en conjunto no más de 200 cm³ de líquido. Así se obtiene una *solución* (extracto acuoso) y un *residuo* sobre el filtro.

La *solución* se evapora al baño maría en *cápsula de platino* tarada, más bien grande, vertiéndola poco a poco y con precaución; evaporado todo el líquido hasta sequedad, se carboniza el residuo *rápidamente* con llama directa y se incinera en la mufla, calentada ya al rojo obscuro, teniendo en ella la cápsula *no más de 15 minutos*. Las cenizas obtenidas se pesan, *a*, y en ellas se determina el cloro por el método de Volhard, para calcularlo como cloruro de sodio, *c*.

El *residuo* y el filtro se desecan en estufa a 105°, se incineran en mufla calentada al rojo, y luego se pesa, *b*.

El tanto por ciento x de cenizas en el pan viene dado por el cálculo:

$$x = (a + b - c) \times 20.$$

Este método da resultados exactos y concordantes, lo que no ocurre por el método de incineración directa, comúnmente seguido, o por otros métodos, porque durante la combustión e incineración directa del pan se verifican reacciones entre el cloruro de sodio y los componentes naturales del pan, que son causa de desprendimiento de ácido clorhídrico, y de otras reacciones secundarias que alteran notablemente los resultados finales.

Las cenizas determinadas por el método expuesto pueden dar una de las mejores normas para deducir la calidad de las harinas usadas en la preparación del pan.

Además, si en la preparación del pan se han agregado a la harina substancias minerales, o también los llamados «polvos de pan», se tendrá un aumento en el tanto por ciento de cenizas, y en tal caso se deberán efectuar los ensayos descritos en los n. 14 y 15.

8. Determinación del nitrógeno.—El nitrógeno, y las substancias nitrogenadas se determinan como en las harinas (V. Harinas, n. 17).

La determinación del nitrógeno tiene especial importancia para el análisis de los panes de gluten, los cuales deberían contener mayor cantidad de nitrógeno que el pan común.

9. Determinación del gluten.—100 gr de pan (partes proporcionales de corteza y miga) se humedecen con agua y se dejan hinchar durante media hora aproximadamente; la pasta húmeda se pone sobre un tamiz finísimo y se manipula bajo un hilo de agua del modo descrito para separar el gluten en la harina (V. Harinas, n. 7).

10. Determinación de las substancias grasas.—Esta determinación se lleva a cabo sobre la muestra de pan preparada como se ha descrito en el n. 4.

La extracción de las substancias grasas del pan no se puede verificar directamente, como en las harinas, por no resultar completa, y por esto debe operarse del siguiente modo:

Pónense 5 gr de pan o de miga en un matraz de unos 200 cm^3 provisto de aparato de reflujo, y se tratan en baño maría hirviente con 25 cm^3 de ácido clorhídrico aproximadamente seminormal, agitando con frecuencia durante veinte minutos. Déjase enfriar, agréganse 5 cm^3 de amoníaco (D = 0,96), 20 cm^3 de alcohol al 90 por 100 en volumen, y se agita. Pásase todo a un embudo separador y se agrega una mezcla en partes iguales (unos 100 cm^3) de éter y éter de petróleo, con la cual se habrá lavado bien el matraz. Sacúdese bien el conjunto varias veces, déjanse separar los dos estratos líquidos, quítase, mediante la llave, la parte acuosa, se lava con agua la porción etérea y se pasa a una cápsula tarada filtrándola a través de un pequeño filtro y lavando filtro y embudo con el mismo disolvente.

Abandónase a la evaporación espontánea, desécase por una hora en estufa de agua y se pesa. El peso hallado se multiplica por 20 para referirlo a 100 p. de substancia.

Esta determinación será útil para establecer si el pan fué preparado con adición de substancias grasas, p. ej. manteca, o bien si se coció en recipientes untados de substancias grasas (manteca de cerdo, etc,); en uno y otro caso se hallará un aumento de substancias grasas, con respecto a las contenidas naturalmente en el pan.

11. Determinación de la celulosa. — Determínase por los métodos señalados en Harinas (n. 15) y preferentemente por el de König, sobre la muestra de pan preparada como se ha dicho en el n. 4.

12. Determinación de los azúcares y de la dextrina. — 10 gr de pan pulverizado y seco se agitan por algún tiempo en matraz graduado de 500 cm^3 con unos 400 cm^3 de agua destilada, a la temperatura del ambiente, se acaba de llenar hasta enrase y se filtra. Sobre partes alícuotas del filtrado se determinan los azúcares y la dextrina como está indicado en Harinas, n. 16.

Si en la preparación del pan se han empleado en exceso substancias aceleradoras de la fermentación, en general a base de maltosa, podrá hallarse un aumento de substancias azucaradas.

13. Determinación de la acidez. — En un matraz de 500 cm^3 se ponen 2 gr de pan seco pulverizado, se añaden 300 cm^3 de agua hirviente (que haya estado hirviendo por algún tiempo), se agita hasta que el líquido esté frío, se agrega hasta enrase agua hervida, se agita bien, se deja un poco en reposo y se filtra. 250 cm^3 del filtrado, correspondientes a 1 gr de pan, se valoran con solución decinormal de potasa y fenolftaleína como indicador.

La acidez hallada se expresa en centímetros cúbicos de KOH normal por 100 de pan seco, o bien en gr de H_2SO_4, o de ácido láctico (1 cm^3 de KOH normal = 0,049 gr de H_2SO_4 ó 0,090 gr de ácido láctico).

14. Rebusca de las substancias minerales extrañas.—La adición de substancias minerales extrañas, como p. ej. yeso, carbonato de cal, alumbre, metales pesados, etc., se descubre como se ha descrito en Harinas, n. 12, y lo mismo la arena y la tierra provenientes de la imperfecta limpia de los granos empleados.

15. Rebusca de las substancias agregadas por prácticas de elaboración.—Estas substancias se agregan a la harina durante la amasadura para activar la acción de las levaduras o para dar artificialmente mayor volumen al pan. Entre las primeras figuran, p. ej., el «*diamalt*» y el «*glicorzo*» preparados a base de maltosa; entre las segundas se cuentan los llamados polvos para panificación, compuestos generalmente de bicarbonato de sosa, ácido tartárico o crémor tártaro, mezclados con almidón o harina de maíz.

La adición de substancias para activar la levaduración puede revelarse por el aumento de substancias azucaradas en el pan, con tal de que el azúcar agregado no haya sido enteramente descompuesto.

La investigación de los polvos a base de ácido tartárico se verifica del siguiente modo: Unos 20 gr de pan pulverizado se tratan con agua en un matraz de unos 200 cm^3 al baño maría; se filtra, el líquido se concentra hasta unos 50 cm^3, se pasa a un embudo separador, se acidula con ácido sulfúrico, se extrae con éter y sobre el residuo de la solución etérea evaporada en cápsula de porcelana se investiga el ácido tartárico mediante algunos cristalitos de resorcina y unas gotas de ácido sulfúrico concentrado, y calentando hasta desprendimiento de humos blancos. La aparición de una coloración rojo-violácea indica la presencia de ácido tartárico.

***

Un *buen pan* debe tener olor agradable, su corteza ha de ser de color pardusco, brillante, uniforme y adherente a la miga. Esta ha de ser más o menos blanca (según el grado de cernido de la harina empleada), blanda, elástica, porosa, homogénea, sin manchas, de sabor agradable y nada ácida.

Las relativas cantidades *de corteza y miga* en el pan dependen de la forma y tamaño; oscilan, para la corteza, entre 22 y 45 por 100, y para la miga entre 78 y 55 por 100. El espesor de la corteza es variable: en algunos panes es muy grande, por ejemplo, es de 4 a 5 mm en el pan de munición.

La *densidad* del pan es bastante variable y está en relación con el volumen de los poros: es pequeña en los panes muy porosos, más grande en los compactos. En general un pan es tanto mejor y más fácilmente digerible cuanto más ligero y poroso, y por lo tanto el pan de buena calidad tiene una densidad aparente menor que la del pan de mala calidad.

Al *examen microscópico* no han de hallarse en el pan de trigo elementos extraños, y menos aún harinas de las semillas nocivas.

El *agua* contenida en el pan es muy variable, y tanto mayor cuanto más voluminoso es el pan. En el pan bien preparado y bien cocido de las formas comerciales habituales (de 250-300 gr de peso) no debería nunca la proporción de agua ser superior a 30-35 por 100; un contenido mayor no ha de considerarse como normal.

Las *cenizas* referidas a 100 partes de pan seco y rebajado de ellas el cloruro de sodio para el pan salado, corresponden a las contenidas en las harinas (en estado seco) que se han empleado en la panificación.

La *celulosa*, las *substancias grasas*, las *substancias nitrogenadas*, están en relación con el contenido de las mismas substancias en las harinas empleadas.

La *acidez* normal del pan está generalmente comprendida entre 0,1 y 0,4 por 100, referida al pan seco y expresada en ácido sulfúrico.

PASTAS ALIMENTICIAS

Las pastas alimenticias se preparan ordinariamente con sémolas de grano duro; su calidad depende de la sémola adoptada en su fabricación.

El análisis completo de una pasta alimenticia comprende las siguientes determinaciones: agua, cenizas, gluten, nitrógeno, substancias grasas, celulosa, hidratos de carbono, acidez. Todas estas determinaciones se llevan a cabo sobre la pasta finamente pulverizada con los mismos métodos ya descritos para las harinas. Además de las indicadas, tienen especial importancia para el examen de las pastas las siguientes investigaciones:

1. **Caracteres organolépticos.**—Obsérvanse el olor y el sabor, si son agradables o rancios, o con resabios de olor o sabor a moho. Débese también observar el color si es amarillento, o blanquecino o gris; el aspecto externo: si es o no uniforme; el aspecto de la fractura: si es vítreo o harinoso. En la pasta no deben hallarse vestigios de moho o de parásitos, ni a simple vista ni con auxilio de una lente.

2. **Prueba de cocción.**—Cuécense 50 gr de pasta en 500 cm^3 de agua que contenga 2,50 gr de sal, durante 20 minutos. Obsérvase después el aspecto de la pasta cocida, si se ha hendido o desleído o no, y el aspecto del agua de cocción, si queda o no queda lechosa y da mayor o menor cantidad de sedimento.

3. **Examen microscópico.**—Pulverízase bien la pasta, se pone en suspensión en el agua y se deja digerir en ella por algún tiempo, agitando de vez en cuando; obsérvase al microscopio en la forma descrita para las harinas (pág. 69).

La harina extraña que más a menudo se emplea para sofisticar las pastas de trigo es la de maíz, reconocible por sus gránulos amiláceos poligonales. Pero no todos los gránulos de maíz aparecen tan evidentes como en las harinas: muchos se hallan deformados, especialmente cuando se trata de pastas preparadas con maíz que ha sufrido la acción del calor. De todos modos, si una pasta contiene harina de maíz, siempre al microscopio se llegará a percibir algún gránulo amiláceo de maíz que habrá conservado su forma característica. Por esto conviene hacer muchas observaciones y ensayos de confrontación con pasta de maíz. La figura 35 de la Lám. V representa una preparación de una pasta de trigo puro; la figura 36 de la misma lámina representa una preparación de pasta de trigo con maíz.

Además de maíz, pueden también hallarse en las pastas fécula de patata, harina de arroz y otras harinas, pero raramente.

4. **Reconocimiento y determinación de los huevos en las pastas.**—Estas investigaciones se verifican sobre las pastas de huevo del siguiente modo:

a) INVESTIGACIONES CUALITATIVAS.—Los ensayos organolépticos ya dan, en gran parte de casos, indicios de si se está o no en presencia de pastas de huevo, porque éstas tienen un sabor característico y color amarillo subido (cuando se da por excluída la coloración artificial).

Para el reconocimiento de los huevos se pueden realizar los siguientes ensayos:

1. La pasta, finamente molida, se trata con éter de petróleo y carbonato amónico, calentando con refrigerante de reflujo; luego se filtra y se agita el extracto petrólico con alcohol metílico; éste se separa y se evapora al baño maría: en presencia de huevo se obtiene un pequeño residuo de olor a huevo.

2. Determínase la substancia grasa con los métodos usuales: las pastas de huevo contienen mayor cantidad de grasas que las pastas sin huevo.

3. Sobre la substancia grasa extraída de una cantidad suficiente de pasta (100 gr al menos) se determina el número de yodo; la grasa de una pasta de huevo tiene un número de yodo más bajo que el de la grasa de las pastas sin huevo, porque el número de yodo del aceite de trigo es superior a 100, y el del aceite de huevo es aproximadamente de 70-80.

El número de yodo de la substancia grasa contenida en el huevo es variable, disminuyendo con el tiempo, y por esto no da un indicio seguro de la existencia de huevo, sino en el caso de tratarse de pasta de reciente preparación. Un elevado número de yodo permite en cambio establecer con seguridad la ausencia de huevo.

b) DETERMINACIÓN CUANTITATIVA.—Básase ora en la determinación del ácido fosfórico de la lecitina (que en las pastas sin huevo está comprendido entre 0,02 y 0,03 por 100 y entra en mayor proporción en las de huevo), ora en la determinación de la colesterina, que se encuentra solamente en las pastas preparadas con huevo.

1. *Determinación del ácido fosfórico de la lecitina.*—35 gr de pasta, finamente molida, se extraen con alcohol absoluto en aparato Soxhlet, durante 12 horas; evapórase el alcohol, trátase el residuo con 5 cm^3 de potasa al 20 por 100, evapórase a sequedad y se incinera; sobre las cenizas se determina el ácido fosfórico, que se refiere a 100 partes de pasta seca.

Para deducir del tanto por ciento de ácido fosfórico lecitínico el número de los huevos agregados a la pasta, se hace uso de la siguiente tabla:

Ácido fosfórico lecitínico % de la substancia seca	N.° de huevos agregados a 500 gr de harina o sémola	Ácido fosfórico lecitínico % de la substancia seca	N.° de huevos agregados a 500 gr de harina o sémola
0,0513	1	0,1744	6
0,0786	2	0,1954	7
0,1044	3	0,2155	8
0,1289	4	0,2348	9
0,1522	5	0,2531	10

Los resultados que se obtienen con este procedimiento son solamente aproximados, por ser variable, aunque dentro de determinados límites, la composición de la harina, de la sémola y de los huevos, y estar la tabla anterior basada en valores medios.

2. *Determinación de la colesterina.*—400 ó 500 gr de pasta pulverizada se extraen con éter anhidro; destílase el éter, saponifícase el residuo con potasa alcohólica y se evapora a sequedad la solución jabonosa. Trátase de nuevo con éter el residuo de la evaporación y se filtra la solución etérea; la substancia que queda se trata con alcohol metílico caliente, fíltrase la solución alcohólica caliente, agrégase el 20 por 100 de agua y se evapora hasta cristalización incipiente. Enfriando el líquido a 0°, cristaliza toda la colesterina, que se recoge sobre filtro tarado, se lava con alcohol metílico al 50 por 100, luego con agua caliente, y se deseca a 100° por 2-3 horas, hasta peso constante. De la cantidad de colesterina hallada se deduce aproximadamente el número de huevos empleados en la preparación de la pasta, teniendo presente que un huevo contiene 0,17-0,25 gr de colesterina.

5. Reconocimiento de las pastas al gluten.—Para la caracterización de estas pastas, tiene especial importancia la determinación del nitrógeno y del gluten, porque las pastas de tal género, destinadas especialmente a la alimentación de los diabéticos, deberían ser mucho más ricas en substancias nitrogenadas que las pastas comunes, lo que no siempre sucede en los productos comerciales.

6. Reconocimiento de las substancias colorantes extrañas.—Las pastas alimenticias están generalmente teñidas de amarillo más o menos subido, según que se quiera reforzar solamente el color natural de las sémolas o se les quiera dar el color característico de las pastas de huevo. Las substancias que más se emplean actualmente a tal fin son colores orgánicos artificiales, y a veces el azafrán.

El reconocimiento de las materias colorantes artificiales se lleva a cabo ya para comprobar que una pasta fué teñida artificialmente, ya sobre todo para establecer si en la coloración se emplearon colores prohibidos por las vigentes disposiciones sanitarias de los distintos países (1), o sea el ácido pícrico, el amarillo Victoria, el amarillo Martius y el amarillo metanilo.

Esta investigación se verifica como se va a indicar, siguiendo las instrucciones de Possetto (2).

A 250 cm^3 de agua hirviente contenidos en una cápsula de porcelana se agregan primero 20 cm^3 de alcohol de 95° y 2 cm^3 de amoníaco al 10 por 100, y en seguida 30 gr de pasta. Al cabo de 5 minu-

---

(1) Para Italia, R. Decreto de 24 de marzo, n. 101, de 1895 [para España véase el R. Decreto de 22 de diciembre de 1908].

(2) G. Possetto: *Giorn. farmacia e chimica*, etc., 1914, pág. 390.

Tabla VII. Investigación sistemática de los colores amarillos orgánicos artificiales en las pastas

La solución acuosa de la materia colorante amarilla tratada con ácido clorhídrico y luego con cloruro estannoso, se decolora o no.

Si no se decolora, deben excluirse los cuatro colores amarillos nocivos.

Si hay coloración o reducción se intenta la reoxidación con algunas gotas de cloruro férrico. Si la solución decolorada recobra su matiz primitivo, también deben excluirse los cuatro colores amarillos nocivos; pero si el tinte primitivo no se regenera (siendo amarillo), tendrá que pertenecer a una de estas dos categorías: *A*) Nitrocolorantes — *B*) Azocolorantes.

A) *Nitrocolorantes*:

Materias colorantes amarillas o anaranjadas solubles en agua sin fluorescencia. La solución acuosa se decolora o precipita con ácido clorhídrico, y en cambio queda inalterada con potasa. Reducida a suave calor con un poco de ácido clorhídrico y cloruro estannoso da nitroamidas, compuestos incoloros que pasan al rojo con los álcalis (nitrofenoles). Las nitroaminas se coloran ya directamente en rojo por reducción.

La solución acuosa de la materia colorante acidulada con ácido acético y extraída con éter da:

Solución etérea amarilla susceptible de ceder al amoníaco el color

↓

Nitrofenoles no sulfonados:
(Ácido pícrico, Amarillo Victoria, Amarillo Martius)

La solución de la materia colorante tratada con:

- **Ácido clorhídrico en frío** → ↓ Se decolora un poco sin precipitar
- **Cianuro de potasio sólido por 5 min. en b. m. hirviente** → ↓ Color rojo obscuro

↓

Acido pícrico

- Se decolora mucho, con precipitado blanco amarillento
- Color anaranjado (con adición de ácido acético, amarillo)

↓

Amarillo Victoria

- Se decolora casi totalmente con precipitado blanco-amarillento
- Coloración amarillo-anaranjada (con adición de ácido acético verde azul)

↓

Amarillo Martius

Solución etérea amarilla incapaz de ceder al amoníaco el color

↓

Nitroaminas
(Ej. Aurantia)

Solución etérea incolora que nada cede al amoníaco

↓

Nitrofenoles sulfonados
(Ej. Amarillo naftol *S*)

B) *Azocolorantes*:

Materias colorantes de colores variables generalmente solubles en agua. — Tiñen directamente seda y lana.

Se ensaya:

Si la solución acuosa del color es amarillo naranja.

Si tratada con ácido clorhídrico toma un tinte rojo fucsina.

Si evaporada a sequedad y tratada con ácido sulfúrico concentrado se tiñe de violeta.

Si diluyendo la solución sulfúrica el violeta pasa a rojo de fucsina.

Si en baño ácido tiñe la lana.

↓

Amarillo de metanilo

tos de ebullición, y cuando se juzga que el líquido está suficientemente teñido, se agrega agua fría, para hacer depositar la pasta en el fondo del recipiente. Decántase el líquido en otra cápsula, acidúlase ligeramente con ácido clorhídrico al 10 por 100, agrégase una madejita de lana desengrasada (½ gr) y se hierve por 10 minutos. Después se separa la madejita del baño y se lava repetidamente con agua; si aquélla queda teñida de amarillo, indicará que la pasta está teñida con un color derivado del alquitrán.

Si se quiere luego reconocer si se trata de uno de los colores prohibidos antes mencionados, la lana teñida se hierve por 5 minutos en un vaso con 50 cm^3 de agua ligeramente alcalinizada con amoníaco; con este tratamiento el color se disuelve y la solución se somete a los ensayos indicados en la tabla VII, debida a Possetto.

7. **Substancias minerales extrañas.** — Débense buscar en las pastas alimenticias los metales pesados (cobre, plomo, zinc, etc.), y el alumbre, que a veces se agregan, junto con bicarbonato sódico para impedir la acidificación de las pastas (V. Harinas, n. 12).

***

Una *buena pasta* debe tener olor y sabor agradables (nunca de moho o de rancio), color amarillento, aspecto externo uniforme, aspecto de fractura vítreo; además debe resistir a la fractura y a la presión de los dedos y hallarse en estado de perfecta conservación.

En la *prueba de cocción* debe resistir no menos de veinte minutos sin henderse, y dejar en el agua de cocción sólo un ligero sedimento farináceo.

El contenido en *agua* no debe pasar de 13-14 por 100.

El tanto por ciento de *cenizas* está en correspondencia con el de las sémolas con que se prepararon las pastas. Las pastas de I.ª clase tienen generalmente un contenido en cenizas por debajo de 0,70 por 100; las de II.ª clase contienen hasta 1 por 100; las pastas obscuras, preparadas con bajas sémolas, tienen un contenido superior a 1 por 100.

Las *substancias grasas*, la *celulosa*, las *substancias nitrogenadas*, los *azúcares* y el *almidón* están también en relación con las respectivas cantidades de estos componentes en las sémolas empleadas. Un contenido en nitrógeno superior al normal se halla en las *pastas al gluten*.

El *gluten* obtenido de las pastas ha de ser blanco-amarillento o gris claro, de aspecto liso, de olor bueno, tenaz, elástico y su extracción no ha de ofrecer dificultad alguna.

La *acidez* de las pastas de I.ª clase no debe, por lo regular, pasar de 0,10 expresándola en ácido láctico, correspondiente a 0,054 por 100 expresándola en ácido sulfúrico; la de las pastas de II.ª clase puede llegar hasta a 0,30 por 100 expresándola en ácido láctico, correspondiente a 0,16 por 100 expresándola en ácido sulfúrico.

ALMIDONES Y FÉCULAS

La substancia amilácea que se obtiene de los cereales, de las semillas de leguminosas y de otros granos, llámase comúnmente *Almidón*; la substancia amilácea de las patatas y otros tubérculos, y

de algunas raíces, se conoce con el nombre de *Fécula*. Almidones y féculas se diferencian solamente por la forma de sus granos, y por esto se trata en este artículo así de unos como de otras.

Los almidones más usados son los de trigo, maíz, arroz; las féculas más comunes son las de patata, batata, sagú, manioca, maranta.

El análisis de los almidones y de las féculas (especialmente de los almidones de trigo, maíz, y arroz y de la fécula de patata), se efectúa con el principal fin de reconocer su pureza, es decir, de establecer si han sido más o menos completamente purgados de las demás substancias que acompañan al almidón en las semillas, en los tubérculos, en las raíces, como substancias nitrogenadas, materias leñosas, sales minerales, etc.

Realízanse especialmente los siguientes reconocimientos y determinaciones:

1. **Examen microscópico.**—Sirve para reconocer la naturaleza de un almidón o fécula. Los caracteres de los gránulos de almidón de los cereales, de las leguminosas, y de las materias feculentas más comunes están descritos en Harinas (pág. 74).

2. **Determinación del agua.**—10 gr de almidón o fécula se ponen en una cápsula metálica plana de unos 75-85 mm de diámetro. Caliéntanse en estufa de aire, primero por una hora a 40°-50° y luego se aumenta la temperatura de modo que en media hora ascienda a 120°, y se deja el producto otras 4 horas en la estufa. Déjase enfriar en un desecador y se pesa. La pérdida de peso, multiplicada por 10, da el agua por ciento de almidón.

3. **Determinación de las cenizas.**—10 gr de almidón se carbonizan al fuego directo, y luego se incineran en mufla al rojo obscuro.

Si el contenido en cenizas excede de los límites señalados al final de este artículo, el producto en examen es de mala calidad, o bien está adulterado con substancias minerales como yeso, creta, talco, etc., que pueden reconocerse por el análisis cualitativo de las cenizas.

4. **Determinación de la acidez.**—CUALITATIVAMENTE. Reconócese que un almidón es ácido tratando una pequeña porción, ligeramente comprimida mediante una superficie plana, con 1-3 gotas de tintura de tornasol diluída hasta color granate. Si aparece una coloración azul o violeta obscura el almidón está exento de acidez; un color rojo vinoso es indicio de acidez; un color rojo ladrillo denota marcada acidez.

CUANTITATIVAMENTE. La acidez se determina del siguiente modo: Amásanse 25 gr del producto con 30 cm^3 de agua y se valoran agitando con solución $\frac{N}{10}$ de sosa, hasta que una gota del líquido que tiene en suspensión al almidón, colocada sobre un papel de filtro

doblado varias veces para absorber el agua, deje de teñirse de rojo con la tintura de tornasol. De los centímetros cúbicos de sosa empleados, multiplicados por 4, se deduce la acidez por ciento de almidón, expresada en centímetros cúbicos de sosa $\frac{N}{10}$

5. Determinación del nitrógeno. — Determínase cuantitativamente como en las harinas (pág. 91). La presencia de gluten se revela cualitativamente por la espuma abundante y persistente que se forma calentando a la ebullición 1 gr de almidón con 180 cm^3 de agua y agitando. La existencia de gluten demuestra que el almidón proviene de cereales.

6. Determinación de la celulosa.—Determínase como en las harinas (pág. 86)

7. Reconocimientos de las impurezas.—En los almidones y féculas comerciales hállanse a veces substancias minerales extrañas, como p. ej., arena, yeso, creta, barita, alúmina, etc., y además se encuentran cuerpos extraños orgánicos, como p. ej. fragmentos de salvado, desechos de películas de patatas, de hongos, de algas, filamentos de sacos de envase, grumos de almidón tostados, etc.

La presencia de *substancias minerales* extrañas se revela cualitativamente del siguiente modo: en un tubo de ensayo se agitan 4-5 gr de la substancia en polvo con cloroformo y se deja en reposo; si existen esas substancias se acumulan en el fondo, mientras el almidón flota en la superficie del líquido. Se identifican y determinan cuantitativamente en las cenizas del producto por los métodos analíticos usuales.

Los *cuerpos orgánicos extraños* se perciben extendiendo el almidón sobre una hoja de papel y alisando la superficie mediante una placa de vidrio y observando atentamente a simple vista, o mejor mediante una lente; las diversas impurezas mencionadas aparecen como manchitas o puntos negros o pardos, o diversamente colorados, en la superficie blanca del almidón. Estos puntos o manchas se pueden contar cuando se observa la muestra de almidón a través de un vidrio de superficie conocida, p. ej. a través de un portaobjetos, y una vez conocido el número de puntos comprendidos por el vidrio o por una porción del mismo, se revuelve el almidón y se repite la numeración de las manchas. El promedio de las manchas contadas en varias observaciones (por lo menos 5) se refiere a 1 dm^2.

8. Reconocimiento de la dextrina.—Agítase cierta cantidad del producto con agua, en frío, y se filtra: en presencia de dextrina el líquido filtrado tendrá un poder rotatorio dextrógiro y se teñirá de rojizo con solución de yodo en el yoduro de potasio.

9. Prueba del engrudo.—Un almidón es tanto mejor cuanto más fácilmente da, con el agua, un engrudo, o cola, homogéneo y consis-

tente. Prácticamente se puede ensayar este carácter por el método siguiente:

Deslíense 4 gr de almidón con 50 cm^3 de agua en una cápsula de porcelana y luego se calienta *directamente* con un mechero Bunsen agitando con una varilla de vidrio. Cuando el engrudo se vuelve transparente y comienza a dar espuma, se aleja la llama, se agita por algún tiempo y se deja enfriar. La duración de la cocción no debe ser superior a un minuto. Una vez frío el engrudo debe ser homogéneo, y no escurrir al inclinar la cápsula (1).

10. Ensayos técnicos.—Por lo que respecta a la aplicación del almidón al apresto de tejidos; puede ser requerido un ensayo práctico de apresto, que se lleva a cabo tratando con el almidón en examen, tejidos teñidos con colores sensibles (benzopurpurina, rojo turco, negro campestre) o tejidos blanqueados, sobre una máquina de aprestar. Examínase al tacto el tejido aprestado y seco, y se observa el cambio de color y el aspecto de conjunto cotejándolo con un tejido idéntico aprestado con almidón tipo.

Ese ensayo se verifica ordinariamente en la fábrica o en laboratorios especiales.

* * *

Los *Almidones* y *Féculas* del comercio contienen cantidades variables de *agua*: el contenido normal en las féculas debe ser de 16-18 por 100, en los almidones de trigo de 14-16 por 100 (es tolerable hasta el 18-20 por 100). El llamado *Almidón* o *Fécula verde*, que es un producto de fabricación no desecado, contiene de ordinario 48 a 53 por 100 de agua.

Las *cenizas* que por combustión dejan los almidones y las féculas de primera clase deben ser inferiores a 0,5 por 100 (las marcas más finas 0,05-0,3 por 100; los almidones inferiores dejan algo más, pero sin llegar generalmente a 1 por 100).

La *acidez* expresada en centímetros cúbicos de sosa decinormal hace considerar al almidón como

débilmente ácido si por 100 gr consume hasta 5 cm^3 de NaOH $\frac{N}{10}$
ácido » » » 8 » »
fuertemente ácido » » más de 8 » »

El *nitrógeno* contenido en los almidones puede llegar a 0,7 por 100 (substancia seca); los almidones finos no deben contener nitrógeno, o contenerlo sólo en pequeñísima cantidad (no superior a 0,15 por 100).

La *celulosa* no ha de hallarse en los almidones más que en vestigios, y cuando más hasta 0,3 por 100.

El número de *manchas* (impurezas) en los almidones finos oscila entre 15 y 28 por dm^2; en los almidones ordinarios entre 145 y 148 y en los almidones malos entre 700 y 800. Deben presentar muy pocas o estar exentos de ellas los almidones destinados a la fabricación de papeles blancos finos y al apresto de tejidos blancos o de color claro.

---

(1) G. Panizzon y A. Koller: *Prodotti chimici per tintoria*, pág. 402, Milán, 1913 (Traducc. de la obra de P. Heermann).

DEXTRINA

Es el producto que resulta de la transformación del almidón por medio del calor o por la acción de los ácidos diluídos o de las diastasas. Prepárase principalmente con la fécula de patata, con el almidón de trigo o de maíz; y más raramente con almidón de arroz o con féculas exóticas. En el comercio se encuentran muchas variedades de dextrina, dependientes del modo de preparación y que llevan variados nombres. Hállanse en polvo fino, de color blanco, blanco sucio, amarillento, rubio-pardusco; en gránulos de aspecto semejante a la goma arábiga; en solución, formando un jarabe espeso, más o menos colorado u opaco. En general, la dextrina tiene olor y sabor especial, particularmente notables en la dextrina en polvo; es soluble en el agua, insoluble en el alcohol; su solución posee un fuerte poder rotatorio dextrógiro $[\alpha]_D = 123°$ a $225°$, generalmente alrededor de 200°, y con el yodo se tiñe de azul violáceo hasta pardo-rojizo, según la variedad (la coloración se observa vertiendo encima, gota a gota, la solución de yodo; si se agita, una vez vertidas las primeras gotas, la coloración desaparece).

El análisis de las dextrinas comerciales, para comprobar su pureza y su valor para los diversos usos industriales, comprende las siguientes investigaciones:

1. **Caracteres organolépticos**. — Hay que observar el color, el olor, el sabor. Las dextrinas blancas, rubias o amarillas están generalmente preparadas por medio de los ácidos (las preparadas con el ácido clorhídrico tienden más bien al rojizo, las preparadas con ácido nítrico al gris); las dextrinas pardas son las obtenidas por tostación directa, sin ácidos.

Las dextrinas con reflejos brillantes son las mejores, provenientes de una buena fécula de patata; las opacas proceden generalmente de almidón de trigo o de maíz.

Hay que observar además si el color es homogéneo o si se notan manchas o puntos pardos, indicio de preparación defectuosa o de haber empleado materias primas malas.

El olor es poco perceptible en la dextrina seca, pero se hace muy manifiesto y característico si se la humedece con agua. Debe observarse si despide olor a moho.

El sabor más o menos acídulo o más o menos dulzaino denota la presencia de ácidos o de substancias sacarinas.

2. **Examen microscópico.**—La dextrina preparada por tostación aun conserva suficientemente la estructura del almidón de que deriva, por lo que el examen microscópico de preparaciones con aceite, con glicerina, pero no con agua, permite demostrar el origen (fig. 37 de la Lám. V).

3. Determinación del agua.—10 gr de substancia se dejan en estufa a 105° por 4 horas y luego se vuelven a pesar. La pérdida de peso corresponde al agua contenida en los 10 gr de dextrina.

4. Determinación de la acidez.—Trátanse 100 gr de dextrina con unos 800 cm^3 de agua hirviente, y una vez fría, se valora con álcali normal, en presencia de fenolftaleína, o bien al toque con papel de tornasol si las soluciones fueren coloradas. La acidez se expresa en centímetros cúbicos de álcali normal por 100 gr de substancia.

5. Determinación de las cenizas. — 10 gr de substancia se incineran en una cápsula de platino, agregando a los últimos restos de carbón, nitrato de amonio; se calcina nuevamente y se pesa el residuo. Luego se trata éste con ácido clorhídrico y si queda un residuo insoluble (arena), se lava bien con agua, se calcina y se pesa. Así se tiene el peso de la arena.

6. Determinación de la parte soluble e insoluble en el agua fría. — Para determinar la *parte soluble* en agua fría se tratan 30 gr de substancia con 300 cm^3 de agua destilada a 17°,5; agítase hasta desaparición completa de los grumos; se filtra y se pesan 5 cm^3 del filtrado, en una cápsula tarada, en la cual luego se evaporan a sequedad. El residuo se mantiene en estufa a 105° por 4 horas y se pesa; el peso obtenido multiplicado por 200 da el tanto por ciento de parte soluble.

La *parte insoluble* se calcula por diferencia entre la substancia primitiva y la parte soluble.

Las dextrinas blancas son las menos solubles en el agua fría. La parte insoluble en el agua fría está constituída por almidón y por cantidades más o menos grandes de impurezas orgánicas (celulosa, gluten, etc.), o minerales (arena).

7. Determinación de la parte soluble e insoluble en el agua caliente.—La *parte insoluble* se determina tomando algún gramo de dextrina y haciéndola hervir con agua destilada; la porción no disuelta se recoge en filtro tarado, se lava bien con agua, se deseca a 105° y se pesa. La *parte soluble* se calcula por diferencia.

Generalmente las dextrinas son casi completamente solubles en el agua caliente; la porción insoluble sólo está constituída por algunas impurezas orgánicas (celulosa, gluten) y un poco de arena. Alguna vez, no obstante, pueden contener almidón no transformado, proveniente de defecto de fabricación, o agregado adrede, y entonces éste se hallará en el residuo insoluble en el agua caliente.

8. Determinación de la dextrina.—El contenido en dextrina se puede determinar por vía indirecta y directa.

a) Por vía indirecta.—En una parte alícuota de la solución acuosa, preparada en frío, como está indicado en el n. 6, se determinan las substancias reductoras (n. 10); en otra porción se determinan

las cenizas; luego, restando del tanto por ciento de substancias solubles en el agua fría, el tanto por ciento de substancias reductoras y el de cenizas solubles, se obtiene, indirectamente, el tanto por ciento de dextrina pura contenida en la dextrina en examen.

b) Por vía directa.—Este método se funda en la solubilidad de la dextrina en alcohol diluído y en su insolubilidad en alcohol concentrado. La solución acuosa, preparada en frío, de una cantidad pesada de dextrina se evapora hasta consistencia siruposa y se mezcla con 10 veces su volumen de alcohol de 90°; la dextrina precipitada se recoge en un filtro, se lava con alcohol de 90° y se seca. Disuélvese 1 gr de esta dextrina en 10 cm^3 de agua y a la solución se agregan 30 cm^3 de alcohol de 56°, 4 gotas de solución de percloruro de hierro al 26 por 100 y unos 0,5 gr de creta en polvo; agítase bien el conjunto, fíltrase, lávase la parte insoluble con alcohol de 56°, y al líquido filtrado, que tiene en disolución la dextrina pura, se agrega alcohol de 96° en cantidad suficiente para precipitar toda la dextrina. Al cabo de 24 horas se decanta el alcohol, se disuelve en un poco de agua la dextrina restante, se evapora la solución acuosa en una cápsula tarada, se deseca el residuo a 105° y se pesa. Así se obtiene la dextrina pura, que se refiere, por el cálculo, a 100 p. de la dextrina en examen.

9. Determinación del almidón.—Las dextrinas contienen, de ordinario, sólo almidón soluble, esto es almidón soluble en agua caliente pero insoluble en agua fría; por esto se puede deducir el contenido en almidón (soluble) sencillamente de la diferencia entre la cantidad de substancia soluble en el agua fría y la soluble en el agua caliente. Si una dextrina contiene también almidón no transformado, y por lo tanto insoluble en caliente, se hallará en el residuo insoluble en el agua caliente (n. 7), en el cual se podrá determinar transformándolo en azúcar (V. Harinas, n. 16, pág. 88).

La presencia de almidón no transformado se puede tambien comprobar tratando la dextrina con una solución concentrada de potasa cáustica, con la cual se obtiene una solución límpida, si la dextrina contiene sólo almidón soluble, y una especie de engrudo, si contiene también almidón no modificado.

10. Determinación de los azúcares.—Se lleva a cabo en una porción de la solución acuosa de la dextrina, preparada en frío, con el licor de Fehling, siguiendo las prescripciones habituales (V. Cap. Azúcares).

El contenido en azúcares (dextrosa, maltosa) de las dextrinas no se puede determinar más que aproximadamente, porque las dextrinas contienen siempre una serie de productos intermedios entre la dextrina y los azúcares, que también tienen poder reductor sobre el licor de Fehling; y el análisis no puede dar el verdadero contenido en dextrosa o maltosa, sino solamente en substancias reductoras, que por comodidad se pueden expresar en dextrosa.

11. Determinación de la consistencia y de la estabilidad de la solución concentrada.—Hiérvense 30 gr de dextrina con 30 cm³ de agua, en una cápsula de porcelana a fuego directo, agitando continuamente hasta perfecta homogeneidad. Después de enfriar, se observa la consistencia de la solución, y transcurridos algunos días, se observa si la masa ha quedado pastosa o si se ha secado. Conviene hacer este ensayo en confrontación con dextrinas típicas.

Para el apresto de tejidos y tintorería son preferibles las dextrinas cuya solución se mantiene pastosa más largo tiempo.

12. Determinación de la viscosidad.—Se puede hacer tanto sobre la solución en frío como sobre la solución en caliente. En el primer caso, 100 gr de dextrina se agitan con 500 cm³ de agua destilada a 17°,5 hasta disolución de toda la parte soluble; filtrase con filtro seco y el líquido filtrado se ensaya con el viscosímetro de Engler (Aceites minerales, tomo I, pág. 474). En el segundo caso 100 gr de dextrina se calientan con 500 cm³ de agua hasta disolución completa y después de enfriar se mide la viscosidad de la solución con el mismo viscosímetro. La viscosidad de la dextrina en examen se compara con la de una solución de dextrina tipo preparada en las mismas condiciones.

13. Investigación del cloro.—Puede hacerse sobre la solución acuosa, por medio de los reactivos usuales, por ejemplo, con una tira de papel impregnada de yoduro potásico. Una gota de la solución, depositada en ese papel, lo teñirá de violeta o rojizo si la dextrina contiene cloro libre.

La presencia del cloro libre, o del ácido hipocloroso, en las dextrinas, puede depender del empleo de almidón blanqueado con cloro, o del modo de preparación de la dextrina, por medio del cloro.

14. Investigación del gluten.—Amásase 1 parte de dextrina con 1 parte de agua a 60°; dilúyese con 5 partes de agua a la misma temperatura y se deja en reposo durante 24 horas. En presencia del gluten se observa un poso glutinoso en el fondo de la vasija.

Hállanse notables cantidades de gluten tostado en las dextrinas preparadas, mediante la acción del calor, con almidón de trigo de mala calidad.

A veces el gluten se halla en forma de pequeños grumos duros.

15. Ensayo técnico.—Con miras al empleo de la dextrina en tintorería y estampado de los tejidos, puede requerirse un ensayo práctico que se realiza de las maneras siguientes (1).

a) Aplícase sobre una pieza de lana pura, perfectamente blanca,

---

(1) A. Bolis: *Ind. tessile e tintoria*, 1903, pág. 117.

la mezcla abajo indicada; se vaporiza, se lava, se seca y se observa el color del tinte.

Solución amoniacal de cochinilla, con 30 gr de cochinilla por litro. 1 litro.
Alumbre en polvo. . . . . 24 gr
Ácido oxálico . . . . . 10 »
Dextrina. . . . . 375 »

b) Se aplica sobre algodón la siguiente mezcla:

Acetato de aluminio preparado con 36,5 gr de alumbre por litro de agua . . . . . 1,320 litros
Agua . . . . . 15,320 »
Dextrina. . . . . 150 gr

Luego se tiñe con alizarina y se observa la coloración.

* * *

Una *buena dextrina* ha de ser de color homogéneo, sin manchas o puntos negros, con el olor propio característico, pero no de moho; debe ser enteramente soluble en el agua; no debe teñirse de azul con la tintura de yodo y no debe producir al cabo de breve tiempo reducción sensible en el licor Fehling; no debe contener gluten en cantidad apreciable, ni cloro libre.

El *agua* de las dextrinas comerciales en polvo varía ordinariamente entre 8 y 12 por 100. Solamente las dextrinas muy recientemente preparadas pueden contener menos de 8 por 100 de agua. Un contenido en agua superior a 12 por 100 debe considerarse como anormal.

La *acidez* de las dextrinas comerciales no debe pasar de 5 cm^3 de álcali normal.

Las *buenas dextrinas*, de primera calidad, deben dar por combustión no más de 0,5 por 100 de *cenizas*, y entre ellas no más de 0,2 de arena; las dextrinas comunes no deben contener más de 0,8-1 por 100 de cenizas. Más elevada proporción de cenizas o de arena indica que la dextrina es de inferior calidad, o que fué preparada con malos almidones, o que fué sofisticada con substancias minerales (caso raro).

Las buenas dextrinas para estampados deben dar sobre la lana, en el ensayo técnico (n. 15 *a*) un tinte de un hermoso rosa, enteramente privado de matiz amarillento, y en el ensayo 15 *b* sobre algodón un tinte rosa vivo.

CAPÍTULO IV

AZUCARES Y PRODUCTOS QUE LOS CONTIENEN

Los azúcares que pueden hallarse en los productos comerciales son principalmente la sacarosa, el azúcar invertido, la glucosa, la levulosa y menos frecuentemente la maltosa, la lactosa, la rafinosa.

Los métodos que se siguen para la determinación de estos azúcares en los productos que los contienen son idénticos en muchos casos, y por esto se exponen a continuación en la primera parte de este capítulo (*Métodos generales*). En la segunda parte (*Parte especial*) se darán normas y métodos especiales para cada producto sacarino en particular.

MÉTODOS GENERALES

Los métodos generales para la determinación de los azúcares son principalmente cuatro. El primero es el *Método areométrico*, basado en la relación entre la concentración de las soluciones azucaradas y su peso específico. El segundo es el *Método refractométrico*, fundado en la relación entre el índice de refracción y la concentración de las mismas soluciones. El tercero es el *Método polarimétrico*, o por medición del poder rotatorio sobre la luz polarizada, poder que los diversos azúcares presentan en mayor o menor grado. El cuarto es el *Método químico* en el que se atiende al poder reductor que algunos azúcares ejercen sobre las soluciones alcalinas de cobre.

Descríbense a continuación detalladamente estos métodos en cuanto sirven para la determinación de los distintos azúcares (1), y luego se tratará de su aplicación al análisis de las mezclas de varios azúcares.

1. Método areométrico

1. Determinación del peso específico.—El peso específico de las soluciones azucaradas se determina, a la temperatura establecida

(1) Hay que advertir que a menudo se aplican el método areométrico y el refractométrico a determinar, en líquidos que contienen azúcares, las substancias sólidas en conjunto (substancia seca, extracto), consideradas como si estuviesen enteramente formadas de azúcar. Claro está que en tales casos los resultados tienen un carácter meramente convencional.

como normal, con uno de los métodos usuales para la determinación del peso específico de los líquidos, esto es, con los densímetros, con la balanza de Westphal, con los picnómetros (V. Espíritus y licores). En lo que se refiere al uso de los densímetros, hay que recordar que las lecturas se verifican de ordinario situando el ojo al nivel de la superficie plana del líquido y no de la parte superior del menisco o reborde capilar que el líquido forma alrededor del vástago del instrumento; sólo para líquidos muy obscuros, como ciertos zumos de remolacha, se construyen a veces densímetros graduados de modo que deba leerse al nivel de la cúspide del menisco. Con respecto a la balanza de Westphal, hay que advertir que da resultados poco seguros en el caso de soluciones muy densas, cuya viscosidad dificulta las oscilaciones. Por fin, el método picnométrico es más largo, pero más exacto, y se aplica especialmente a determinaciones de verificación, o bien cuando sólo se dispone de pequeñas cantidades de líquido.

Con arreglo a las decisiones de los Congresos internacionales de Química aplicada, y entre ellos el de París (1900), y de la Comisión internacional para los metodos unitarios en el análisis de los azúcares, el peso específico de las soluciones azucaradas debería determinarse a 20°, y referirlo al agua a 4° C (peso esp. a 20°/4°), es decir debería representar el peso de un cm^3 *verdadero* de solución a 20°. Pero en la práctica está todavía muy en uso la determinación del mismo peso específico a 17°,5 C respecto al agua a 17°,5 C (p. esp. a 17°,5/17°,5); y a veces también se adopta como temperatura normal la de 15° C (p. esp. a 15°/15°).

En la determinación del peso específico con los picnómetros, cuando se desea el peso específico con respecto al agua a la misma temperatura que la solución (a 17°,5/17°,5 ó a 15°/15°), el peso específico buscado viene dado por la razón entre el peso p de la solución y el peso p' de igual volumen de agua a la misma temperatura, es decir por $\frac{p}{p'}$. En cambio, cuando se quiere obtener el peso específico a 20°/4°, al tarar el picnómetro con el agua se debe tener presente que 100 cm^3 *verdaderos* de agua a 20° pesan 99,7174 gr (pesados en el aire con pesas de latón); así, por ejemplo, si el picnómetro tiene exactamente la capacidad de 50 cm^3 a 20°, el agua a 20° en él contenida deberá pesar 49,859 gr y no 50 gr; y en tal caso el peso de la solución azucarada en él contenida, deberá dividirse por 50 para tener el peso específico a 20°/4°. Y si el picnómetro tiene una capacidad indeterminada, y contiene un peso p' de agua a 20°, el peso de agua a 4° que estaría contenido en el mismo volumen sería $\frac{p'}{0{,}997174}$ y por lo tanto el peso específico a 20°/4° sería igual a $\frac{p}{p'} \times 0{,}997174$.

2. Cálculo del grado sacarométrico partiendo del peso específico.—Del peso específico de las soluciones se deduce, mediante tablas especiales, el grado sacarométrico o la concentración. El caso a que

se aplica comúnmente el método areométrico es el de las soluciones de sacarosa; el grado sacarométrico se puede expresar refiriéndolo al *peso* (gramos de azúcar en 100 gramos de solución, o tanto por ciento en peso, llamados también *grados de Balling* o *Brix*) o bien al *volumen* (gramos de azúcar en 100 cm^3 de solución, o tanto por ciento en volumen); pero de ordinario se refiere al peso.

a) GRADO SACAROMÉTRICO EN PESO.—Para deducir del peso específico el grado sacarométrico en peso de las soluciones de sacarosa existen diversas tablas. La más antigua, para la temperatura de 17°,5/17°,5, es la de Balling, aun hoy empleada por algunos, aunque poco exacta; más usada es la recalculada sobre los datos de Balling por Brix, y completada por Mategczek y Scheibler, reproducida aquí (Tabla VIII).

Si el peso específico ha sido determinado a 20°/4°, se pasa a la concentración mediante otra tabla (Tabla IX).

El uso de estas dos tablas, análogamente dispuestas, se esclarece por el siguiente ejemplo.

EJEMPLO: Una solución de azúcar tiene el peso específico de 1,1832 a 17°,5. El número más próximo en la tabla es 1,18305 que se halla en la intersección de la línea correspondiente a 40° Brix y de la columna encabezada por 7; de aquí que el grado Brix de la solución, con la aproximación de una décima, sea 40,7, o sea la solución contiene 40,7 por 100 en peso de azúcar. Si se quisieran apreciar las centésimas, se procedería por interpolación: la diferencia entre el peso específico 1,18305 y el subsiguiente en la tabla (diferencia correspondiente al incremento 0,1 en el grado) es 0,00052, mientras que la diferencia entre 1,18305 y el peso específico de la solución en examen es 0,00015; esta última diferencia corresponderá por lo tanto a un aumento en el grado de 15 : 520 = 0,03 por 100, y de aquí que el grado buscado sea más exactamente 40,73.

b) GRADO SACAROMÉTRICO EN VOLUMEN.—Hallado, mediante la tabla antes citada, el tanto por ciento de azúcar en peso, para obtener el referido al volumen (entendiendo con esto los gramos de azúcar contenidos en 100 cm^3 *verdaderos* a la temperatura considerada), hay que multiplicar el tanto por ciento en peso por el peso específico correspondiente a la temperatura considerada, respecto al agua a 4°. Si el peso específico estaba determinado a 17°,5/17°,5, para obtener el peso específico a 17°,5/4°, se multiplicará por 0,998713, que es el peso (en el vacío) de un centímetro cúbico *verdadero* de agua a 17°,5. Pero en muchos casos prácticos, y especialmente para los tantos por ciento poco elevados, se puede omitir esta corrección sin cometer error sensible, y calcular el tanto por ciento en volumen a 17°,5, multiplicando el tanto por ciento en peso por el peso específico a 17°,5/17°,5. Si el peso específico estuviera determinado a 20°/4°, para tener el tanto por ciento exacto en volumen a 20° basta multiplicar el tanto por ciento en peso por el mismo peso específico.

TABLA VIII. **Relación entre los grados Brix y el peso específico a 17°,5**

Por ciento en peso de azúcar o Grados Brix	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Peso específico a 17°,5 C, referido al del agua a 17°,5 C									
0	1,00000	1,00038	1,00077	1,00116	1,00155	1,00193	1,00232	1,00271	1,00310	1,00349
1	1,00388	1,00427	1,00466	1,00505	1,00544	1,00583	1,00622	1,00662	1,00701	1,00740
2	1,00779	1,00818	1,00858	1,00897	1,00936	1,00976	1,01015	1,01055	1,01094	1,01134
3	1,01173	1,01213	1,01252	1,01292	1,01332	1,01371	1,01411	1,01451	1,01491	1,01531
4	1,01570	1,01610	1,01650	1,01690	1,01730	1,01770	1,01810	1,01850	1,01890	1,01930
5	1,01970	1,02010	1,02051	1,02091	1,02131	1,02171	1,02211	1,02252	1,02292	1,02333
6	1,02373	1,02413	1,02454	1,02449	1,02535	1,02575	1,02616	1,02657	1,02697	1,02738
7	1,02779	1,02819	1,02860	1,02901	1,02942	1,02983	1,03024	1,03064	1,03105	1,03146
8	1,03187	1,03228	1,03270	1,03311	1,03352	1,03393	1,03434	1,03475	1,03517	1,03558
9	1,03599	1,03640	1,03682	1,03723	1,03765	1,03806	1,03848	1,03889	1,03931	1,03972
10	1,04014	1,04055	1,04097	1,04139	1,04180	1,04222	1,04264	1,04306	1,04348	1,04390
11	1,04431	1,04473	1,04515	1,04557	1,04599	1,04641	1,04683	1,04726	1,04768	1,04810
12	1,04852	1,04894	1,04937	1,04979	1,05021	1,05064	1,05106	1,05149	1,05191	1,05233
13	1,05276	1,05318	1,05361	1,05404	1,05446	1,05489	1,05532	1,05574	1,05617	1,05660
14	1,05703	1,05746	1,05789	1,05831	1,05874	1,05917	1,05960	1,06003	1,06047	1,06090
15	1,06133	1,06176	1,06219	1,06262	1,06306	1,06349	1,06392	1,06436	1,06479	1,06522
16	1,06566	1,06609	1,06653	1,06695	1,06740	1,06783	1,06827	1,06871	1,06914	1,06958
17	1,07002	1,07046	1,07090	1,07133	1,07177	1,07221	1,07265	1,07309	1,07353	1,07397
18	1,07441	1,07485	1,07530	1,07574	1,07618	1,07662	1,07706	1,07751	1,07795	1,07839
19	1,07884	1,07928	1,07973	1,08017	1,08062	1,08106	1,08151	1,08196	1,08240	1,08285
20	1,08329	1,08374	1,08419	1,08464	1,08509	1,08553	1,08599	1,08643	1,08688	1,08733
21	1,08778	1,08824	1,08869	1,08914	1,08959	1,09004	1,09049	1,09095	1,09140	1,09185
22	1,09231	1,09276	1,09321	1,09367	1,09412	1,09458	1,09503	1,09549	1,09595	1,09640
23	1,09686	1,09732	1,09777	1,09823	1,09869	1,09915	1,09961	1,10007	1,10053	1,10099
24	1,10145	1,10191	1,10237	1,10283	1,10329	1,10375	1,10421	1,10468	1,10514	1,10560
25	1,10607	1,10653	1,10700	1,10746	1,10793	1,10839	1,10886	1,10932	1,10979	1,11026
26	1,11072	1,11119	1,11166	1,11213	1,11259	1,11306	1,11353	1,11400	1,11447	1,11494
27	1,11541	1,11588	1,11635	1,11682	1,11729	1,11776	1,11824	1,11871	1,11918	1,11965
28	1,12013	1,12060	1,12107	1,12155	1,12202	1,12250	1,12297	1,12345	1,12393	1,12440
29	1,12488	1,12536	1,12583	1,12631	1,12679	1,12727	1,12775	1,12823	1,12871	1,12919

BIBLIOTECA PUBLICA · BURGOS ·

Sigue TABLA VIII.

Por ciento en peso de azúcar o Grados Brix —	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Peso específico a 17°,5 C, referido al del agua a 17°,5 C.									
30	1,12967	1,13015	1,13063	1,13111	1,13159	1,13207	1,13255	1,13304	1,13352	1,13400
31	1,13449	1,13497	1,13545	1,13594	1,13642	1,13691	1,18740	1,13788	1,13837	1,13885
32	1,13934	1,13983	1,14032	1,14081	1,14129	1,14178	1,14227	1,14276	1,14325	1,14374
33	1,14423	1,14472	1,14521	1,14570	1,14620	1,14669	1,14718	1,14767	1,14817	1,14866
34	1,14915	1,14965	1,15014	1,15064	1,15113	1,15163	1,15213	1,15262	1,15312	1,15362
35	1,15411	1,15461	1,15511	1,15561	1,15611	1,15661	1,15710	1,15760	1,15810	1,15861
36	1,15917	1,15961	1,16011	1,16061	1,16111	1,16162	1,16212	1,16262	1,16313	1,16363
37	1,16413	1,16464	1,16514	1,16565	1,16616	1,16666	1,16717	1,16768	1,16818	1,16869
38	1,16920	1,16971	1,17022	1,17072	1,17123	1,17174	1,17225	1,17276	1,17327	1,17379
39	1,17430	1,17481	1,17532	1,17583	1,17635	1,17686	1,17737	1,17789	1,17840	1,17892
40	1,17943	1,17995	1,18046	1,18098	1,18150	1,18201	1,18253	1,18305	1,18357	1,18408
41	1,18460	1,18512	1,18564	1,18616	1,18668	1,18720	1,18772	1,18824	1,18877	1,18929
42	1,18981	1,19033	1,19086	1,19138	1,19190	1,19243	1,19295	1,19348	1,19400	1,19453
43	1,19505	1,19558	1,19611	1,19663	1,19716	1,19769	1,19822	1,19875	1,19927	1,19980
44	1,20033	1,20086	1,20139	1,20192	1,20245	1,20299	1,20352	1,20405	1,20458	1,20512
45	1,20565	1,20618	1,20672	1,20725	1,20779	1,20832	1,20886	1,20939	1,20993	1,21046
46	1,21100	1,21154	1,21208	1,21261	1,21315	1,21369	1,21423	1,21477	1,21531	1,21585
47	1,21639	1,21693	1,21747	1,21802	1,21856	1,21910	1,21964	1,22019	1,22073	1,22127
48	1,22182	1,22236	1,22291	1,22345	1,22400	1,22455	1,22509	1,22564	1,22619	1,22673
49	1,22728	1,22783	1,22838	1,22893	1,22948	1,23003	1,23058	1,23113	1,23168	1,23223
50	1,23278	1,23334	1,23389	1,23444	1,23499	1,23555	1,23610	1,23666	1,23721	1,23777
51	1,23832	1,23888	1,23943	1,23999	1,24055	1,24111	1,24166	1,24222	1,24278	1,24334
52	1,24390	1,24446	1,24502	1,24558	1,24614	1,24670	1,24726	1,24782	1,24839	1,24895
53	1,24951	1,25008	1,25064	1,25120	1,25177	1,25233	1,25290	1,25347	1,25403	1,25460
54	1,25517	1,25573	1,25630	1,25687	1,25744	1,25801	1,25857	1,25914	1,25971	1,26028
55	1,26086	1,26143	1,26200	1,26257	1,26314	1,26372	1,26429	1,26486	1,26544	1,26601
56	1,26658	1,26716	1,26773	1,26831	1,26889	1,26946	1,27004	1,27062	1,27120	1,27177
57	1,27235	1,27293	1,27351	1,27409	1,27464	1,27525	1,27583	1,27641	1,27699	1,27758
58	1,27816	1,27874	1,27932	1,27991	1,28049	1,28107	1,28166	1,28224	1,28283	1,28342
59	1,28400	1,28459	1,28518	1,28576	1,28635	1,28694	1,28753	1,28812	1,28871	1,28930
60	1,28989	1,29048	1,29107	1,29166	1,29225	1,29284	1,29343	1,29403	1,29462	1,29521
61	1,29581	1,29640	1,29700	1,29759	1,29819	1,29878	1,29938	1,29998	1,30057	1,30117
62	1,30177	1,30237	1,30297	1,30356	1,30416	1,30476	1,30536	1,30596	1,30657	1,30717
63	1,30777	1,30837	1,30897	1,30958	1,31018	1,31078	1,31139	1,31199	1,31260	1,31320
64	1,31381	1,31442	1,31502	1,31563	1,31624	1,31684	1,31745	1,31806	1,31867	1,31928
65	1,31989	1,32050	1,32111	1,32172	1,32233	1,32294	1,32355	1,32417	1,32478	1,32539
66	1,32601	1,32662	1,32724	1,32785	1,32847	1,32908	1,32970	1,33031	1,33093	1,33155
67	1,33217	1,33278	1,33340	1,33402	1,33464	1,33526	1,33588	1,33650	1,33712	1,33774
68	1,33836	1,33899	1,33961	1,34023	1,34085	1,34148	1,34210	1,34273	1,34335	1,34398
69	1,34460	1,34523	1,34585	1,34648	1,34711	1,34774	1,34836	1,34899	1,34962	1,35025
70	1,35088	1,35151	1,35214	1,35277	1,35340	1,35403	1,35466	1,35530	1,35593	1,35656
71	1,35720	1,35783	1,35847	1,35910	1,35974	1,36037	1,36101	1,36164	1,36228	1,36292
72	1,36355	1,36419	1,36483	1,36547	1,36611	1,36675	1,36739	1,36803	1,36867	1,36931
73	1,36995	1,37059	1,37124	1,37188	1,37252	1,37317	1,37381	1,37446	1,37510	1,37575
74	1,37639	1,37704	1,37768	1,37833	1,37898	1,37962	1,38027	1,38092	1,38157	1,38222
75	1,38287	1,38352	1,38417	1,38482	1,38547	1,38612	1,38676	1,38743	1,38808	1,38873
76	1,38939	1,39004	1,39070	1,39135	1,39201	1,39266	1,39332	1,39397	1,39463	1,39529
77	1,39595	1,39660	1,39726	1,39792	1,39858	1,39924	1,39990	1,40056	1,40122	1,40188
78	1,40254	1,40321	1,40387	1,40453	1,40520	1,40586	1,40652	1,40719	1,40785	1,40852
79	1,40918	1,40985	1,41052	1,41118	1,41185	1,41252	1,41318	1,41385	1,41452	1,41519
80	1,41586	1,41653	1,41720	1,41787	1,41854	1,41921	1,41989	1,42056	1,42133	1,42190
81	1,42258	1,42325	1,42393	1,42460	1,42528	1,42595	1,42663	1,42731	1,42798	1,42866
82	1,42934	1,43002	1,43070	1,43137	1,43205	1,43273	1,43341	1,43409	1,43478	1,43546
83	1,43614	1,43682	1,43750	1,43819	1,43887	1,43955	1,44024	1,44092	1,44161	1,44229
84	1,44298	1,44367	1,44435	1,44504	1,44573	1,44641	1,44710	1,44779	1,44848	1,44917
85	1,44986	1,45055	1,45124	1,45193	1,45262	1,45331	1,45401	1,45470	1,45539	1,45609
86	1,45678	1,45748	1,45817	1,45887	1,45956	1,46026	1,46095	1,46165	1,46235	1,46304
87	1,46374	1,46444	1,46514	1,46584	1,46654	1,46724	1,46794	1,46864	1,46934	1,47004
88	1,47074	1,47145	1,47215	1,47285	1,47356	1,47426	1,47496	1,47567	1,47637	1,47708
89	1,47778	1,47849	1,47920	1,47991	1,48061	1,48132	1,48203	1,48274	1,48345	1,48416

TABLA IX. **Relación entre los grados Brix y el peso específico a 20°**

Por ciento en peso de azúcar — Grados Brix	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Peso específico a 20° C, referido al del agua a 4° C									
0	0,998234	0,998622	0,999010	0,999398	0,999786	1,000174	1,000563	1,000952	1,001342	1,001731
1	1,002120	1,002509	1,002897	1,003286	1,003675	1,004064	1,004453	1,004844	1,005234	1,005624
2	1,006015	1,006405	1,006796	1,007188	1,007580	1,007972	1,008363	1,008755	1,009148	1,009541
3	1,009934	1,010327	1,010721	1,011115	1,011510	1,011904	1,012298	1,012694	1,013089	1,013485
4	1,013881	1,014277	1,014673	1,015070	1,015467	1,015864	1,016261	1,016659	1,017058	1,017456
5	1,017854	1,018253	1,018652	1,019052	1,019451	1,019851	1,020251	1,020651	1,021053	1,021454
6	1,021855	1,022257	1,022659	1,023061	1,023463	1,023867	1,024270	1,024673	1,025077	1,025481
7	1,025885	1,026289	1,026694	1,027099	1,027504	1,027910	1,028316	1,028722	1,029128	1,029535
8	1,029942	1,030349	1,030757	1,031165	1,031573	1,031982	1,032391	1,032800	1,033209	1,033619
9	1,034029	1,034439	1,034850	1,035260	1,035671	1,036082	1,036494	1,036906	1,037318	1,037730
10	1,038143	1,038556	1,038970	1,039383	1,039797	1,040212	1,040626	1,041041	1,041456	1,041872
11	1,042288	1,042704	1,043121	1,043537	1,043954	1,044370	1,044788	1,045206	1,045625	1,046043
12	1,046462	1,046881	1,047300	1,047720	1,048140	1,048559	1,048980	1,049401	1,049822	1,050243
13	1,050665	1,051087	1,051510	1,051933	1,052356	1,052778	1,053202	1,053626	1,054050	1,054475
14	1,054900	1,055325	1,055751	1,056176	1,056602	1,057029	1,057455	1,057882	1,058310	1,058737
15	1,059165	1,059593	1,060022	1,060451	1,060880	1,061208	1,061738	1,062168	1,062598	1,063029
16	1,063460	1,063892	1,064324	1,064756	1,065188	1,065621	1,066054	1,066487	1,066921	1,067355
17	1,067789	1,068223	1,068658	1,069093	1,069529	1,069964	1,070400	1,070836	1,071273	1,071710
18	1,072147	1,072585	1,073023	1,073461	1,073900	1,074338	1,074777	1,075217	1,075657	1,076097
19	1,076537	1,076978	1,077419	1,077860	1,078302	1,078744	1,079187	1,079629	1,080072	1,080515
20	1,080959	1,081403	1,081848	1,082292	1,082737	1,083182	1,083628	1,084074	1,084520	1,084967
21	1,085414	1,085861	1,086309	1,086757	1,087205	1,087652	1,088101	1,088550	1,089000	1,089450
22	1,089900	1,090351	1,090802	1,091253	1,091704	1,092155	1,092607	1,093060	1,093513	1,093966
23	1,094420	1,094874	1,095328	1,095782	1,096236	1,096691	1,097147	1,097603	1,098058	1,098514
24	1,098971	1,099428	1,099886	1,100344	1,100802	1,101259	1,101718	1,102177	1,102637	1,103097
25	1,103557	1,104017	1,104478	1,104938	1,105400	1,105862	1,106324	1,106786	1,107248	1,107711
26	1,108175	1,108639	1,109103	1,109568	1,110033	1,110497	1,110963	1,111429	1,111895	1,112361
27	1,112828	1,113295	1,113863	1,114229	1,114697	1,115166	1,115635	1,116104	1,116572	1,117042
28	1,117512	1,117982	1,118453	1,118923	1,119395	1,119867	1,120339	1,120812	1,121284	1,121757
29	1,122231	1,122705	1,123179	1,123653	1,124128	1,124603	1,125079	1,125555	1,126030	1,126507
30	1,126984	1,127461	1,127939	1,128417	1,128896	1,129374	1,129853	1,130332	1,130812	1,131292
31	1,131773	1,132254	1,132735	1,133216	1,133698	1,134180	1,134663	1,135146	1,135628	1,136112
32	1,136596	1,137080	1,137565	1,138049	1,138534	1,139020	1,139506	1,139993	1,140479	1,140966
33	1,141453	1,141941	1,142429	1,142916	1,143405	1,143894	1,144384	1,144874	1,145363	1,145854
34	1,146345	1,146836	1,147328	1,147820	1,148313	1,148805	1,149298	1,149792	1,150286	1,150780
35	1,151275	1,151770	1,152265	1,152760	1,153256	1,153752	1,154249	1,154746	1,155242	1,155740
36	1,156238	1,156736	1,157235	1,157733	1,158233	1,158733	1,159233	1,159733	1,160233	1,160734
37	1,161236	1,161738	1,162240	1,162742	1,163245	1,163748	1,164252	1,164756	1,165259	1,165764
38	1,166269	1,166775	1,167281	1,167786	1,168293	1,168800	1,169307	1,169815	1,170322	1,170831
39	1,171340	1,171849	1,172359	1,172869	1,173379	1,173889	1,174400	1,174911	1,175423	1,175935
40	1,176447	1,176960	1,177473	1,177987	1,178501	1,179014	1,179527	1,180044	1,180560	1,181076
41	1,181592	1,182108	1,182625	1,183142	1,183660	1,184178	1,184696	1,185215	1,185734	1,186253
42	1,186773	1,187293	1,187814	1,188335	1,188856	1,189379	1,189901	1,190423	1,190946	1,191469
43	1,191993	1,192517	1,193041	1,193565	1,194090	1,194616	1,195141	1,195667	1,196193	1,196720
44	1,197247	1,197775	1,198303	1,198832	1,199360	1,199890	1,200420	1,200950	1,201480	1,202010
45	1,202540	1,203071	1,203603	1,204136	1,204668	1,205200	1,205733	1,206266	1,206801	1,207335
46	1,207870	1,208405	1,208940	1,209477	1,210013	1,210549	1,211086	1,211623	1,212162	1,212700
47	1,213238	1,213777	1,214317	1,214856	1,215395	1,215936	1,216476	1,217017	1,217559	1,218101
48	1,218643	1,219185	1,219729	1,220272	1,220815	1,221360	1,221904	1,222449	1,222995	1,223540
49	1,224086	1,224632	1,225180	1,225727	1,226274	1,226823	1,227371	1,227919	1,228469	1,229018
50	1,229567	1,230117	1,230668	1,231219	1,231770	1,232322	1,232874	1,233426	1,233979	1,234532
51	1,235085	1,235639	1,236194	1,236748	1,237303	1,237859	1,238414	1,238970	1,239527	1,240084
52	1,240641	1,241198	1,241757	1,242315	1,242873	1,243433	1,243992	1,244552	1,245113	1,245673
53	1,246234	1,246795	1,247358	1,247920	1,248482	1,249046	1,249609	1,250172	1,250737	1,251301
54	1,251866	1,252431	1,252997	1,253563	1,254129	1,254697	1,255264	1,255831	1,256400	1,256967
55	1,257535	1,258104	1,258674	1,259244	1,259815	1,260385	1,260955	1,261527	1,262099	1,262671
56	1,263243	1,263816	1,264390	1,264963	1,265537	1,266112	1,266686	1,267261	1,267837	1,268413
57	1,268989	1,269565	1,270143	1,270720	1,271299	1,271877	1,272455	1,273035	1,273614	1,274194
58	1,274774	1,275354	1,275936	1,276517	1,277098	1,277680	1,278262	1,278844	1,279428	1,280011
59	1,280595	1,281179	1,281764	1,282349	1,282935	1,283521	1,284107	1,284694	1,285281	1,285869

JUNTA DE INTERCAMBIO Y ADQUISICIÓN DE LIBROS Y REVISTAS PARA BIBLIOTECAS PÚBLICAS

Sigue TABLA IX.

Por ciento en peso de azúcar o Grados Brix —	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Peso específico a 20° C, referido al del agua a 4° C									
60	1,286456	1,287044	1,287633	1,288222	1,288811	1,289401	1,289991	1,290581	1,291172	1,291763
61	1,292354	1,292946	1,293539	1,294131	1,294725	1,295318	1,295911	1,296506	1,297100	1,297696
62	1,298291	1,298886	1,299483	1,300079	1,300677	1,301274	1,301871	1,302470	1,303068	1,303668
63	1,304267	1,304867	1,305467	1,306068	1,306669	1,307271	1,307872	1,308475	1,309077	1,309680
64	1,310282	1,310885	1,311489	1,312093	1,312699	1,313304	1,313909	1,314515	1,315121	1,315728
65	1,316334	1,316941	1,317549	1,318157	1,318766	1,319374	1,319983	1,320593	1,321203	1,321814
66	1,322425	1,323036	1,323648	1,324259	1,324872	1,325484	1,326097	1,326711	1,327325	1,327940
67	1,328554	1,329170	1,329785	1,330401	1,331017	1,331633	1,332250	1,332868	1,333485	1,334103
68	1,334722	1,335342	1,335961	1,336581	1,337200	1,337821	1,338441	1,339063	1,339684	1,340306
69	1,340928	1,341551	1,342174	1,342798	1,343421	1,344046	1,344671	1,345296	1,345922	1,346547
70	1,347174	1,347801	1,348427	1,349055	1,349682	1,350311	1,350939	1,351568	1,352197	1,352827
71	1,353456	1,354087	1,354717	1,355349	1,355980	1,356612	1,357245	1,357877	1,358511	1,359144
72	1,359778	1,360413	1,361047	1,361682	1,362317	1,362953	1,363590	1,364226	1,364864	1,365501
73	1,366139	1,366777	1,367415	1,368054	1,368693	1,369333	1,369973	1,370613	1,371254	1,371894
74	1,372536	1,373178	1,373820	1,374463	1,375105	1,375749	1,376392	1,377036	1,377680	1,378326
75	1,378971	1,379617	1,380262	1,380909	1,381555	1,382203	1,382851	1,383499	1,384148	1,384796
76	1,385446	1,386096	1 386745	1,387396	1,388045	1,388696	1,389347	1,389999	1,390651	1,391303
77	1,391956	1,392610	1,393263	1,393917	1,394571	1,395226	1,395881	1,396536	1,397192	1,397848
78	1,398505	1,399162	1,399819	1,400477	1,401134	1,401793	1,402452	1,403111	1,403771	1,404430
79	1,405091	1,405752	1,406412	1,407074	1,407735	1,408398	1,409061	1,409723	1,410387	1,411051
80	1,411715	1,412380	1,413044	1,413709	1,414374	1,415440	1,415706	1,416373	1 417039	1,417707
81	1,418374	1,419043	1,419711	1,420380	1,421049	1,421719	1,422390	1,423059	1,423730	1,424400
82	1,425072	1,425744	1,426416	1,427089	1,427761	1,428435	1,429109	1,429782	1,430457	1,431131
83	1,431807	1,432483	1,433158	1,433835	1,434511	1,435188	1,435866	1,436543	1,437222	1,437900
84	1,438579	1,439259	1,439938	1,440619	1,441299	1,441980	1,442661	1,443342	1,444024	1,444705
85	1,445388	1,446071	1,446754	1,447438	1,448121	1,448806	1,449391	1,450175	1,450860	1,451545
86	1,452232	1,452919	1,453605	1,454292	1,454980	1,455668	1,456357	1,457045	1,457735	1,458424
87	1,459114	1,459805	1,460495	1,461186	1,461877	1,462568	1,463260	1,463953	1,464645	1,465338
88	1,466032	1,466726	1,467420	1,468115	1,468810	1,469504	1,470200	1,470896	1,471592	1,472289
89	1,472986	1,473684	1,474381	1,475080	1,475779	1,476477	1,477176	1,477876	1,478575	1,479275

3. Determinación directa del grado sacarométrico.—En vez de determinar el peso específico de las soluciones sacarinas para deducir de él, mediante las tablas, el tanto por ciento de sacarosa, se puede obtener directamente este tanto por ciento mediante areómetros especiales, llamados *Sacarómetros*, graduados a base de estas tablas y bastante usados en la práctica industrial. Los más empleados están graduados a la temperatura normal de 17°,5 y dan los tantos por ciento en peso, es decir, los grados Balling o Brix (*Sacarómetros de Balling o de Brix*); pero actualmente se gradúan también a 20°, según las ya mencionadas decisiones de los Congresos; y a veces, para especiales usos industriales, también a otras temperaturas. Además, se construyen sacarómetros que indican los tantos por ciento en volumen.

Los sacarómetros llevan generalmente, en su parte inferior, un termómetro cuyo depósito constituye todo o parte del lastre del instrumento; y como los densímetros, están de ordinario graduados de modo que haya que leer la división correspondiente a la superficie horizontal del líquido, es decir, a la base del mismo, excepto algunos destinados a servir para líquidos muy obscuros.

Cuando las lecturas con los sacarómetros no se efectúan a la temperatura normal, a la que han sido graduados, se lee un *grado aparente*, al que debe aplicarse una corrección para obtener el *grado real*. A tal fin se emplean tablas especiales: para los tantos por ciento en peso y para la temperatura normal de 17°,5 se puede usar la tabla de Stammer, basada en los datos de Gerlach, y que figura a continuación (Tabla X); para los tantos por ciento en peso y para la temperatura de 20° se hace uso de la Tabla XI; para los tantos por ciento en volumen las correcciones son algo mayores.

Para evitar el uso de estas tablas, en algunos sacarómetros están indicados, al lado de la columna del termómetro, las correcciones medias a que debe someterse el grado aparente a las diversas temperaturas. En todo caso conviene advertir que es siempre recomendable emplear los sacarómetros a temperatura no muy distante de la normal, para conseguir resultados seguros.

Tabla X

Correcciones al grado aparente en peso para referirlo a 17°,5 C

Por ciento en peso (Grados Brix)	0	5	10	15	20	25	30	35	40	50	60	70	75
Temperatura C	La indicación del sacarómetro se rebaja en:												
0°	0,17	0,30	0,41	0,52	0,62	0,72	0,82	0,92	0,98	1,11	1,22	1,25	1,29
5	0,23	0,30	0,37	0,44	0,52	0,59	0,65	0,72	0,75	0,80	0,88	0,91	0,94
10	0,20	0,26	0,29	0,33	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,50	0,54	0,58	0,61
11	0,18	0,23	0,26	0,28	0,31	0,34	0,36	0,39	0,41	0,43	0,47	0,50	0,53
12	0,16	0,20	0,22	0,24	0,26	0,29	0,31	0,33	0,34	0,36	0,40	0,42	0,46
13	0,14	0,18	0,19	0,21	0,22	0,24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,33	0,35	0,39
14	0,12	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,21	0,22	0,22	0,23	0,26	0,28	0,32
15	0,09	0,11	0,12	0,14	0,14	0,15	0,16	0,17	0,16	0,17	0,19	0,21	0,25
16	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10	0,10	0,11	0,12	0,12	0,12	0,14	0,16	0,18
17	0,02	0,02	0,03	0,03	0,03	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,05	0,05	0,06
	La indicación del sacarómetro se aumenta en:												
18	0,02	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02
19	0,06	0,08	0,08	0,09	0,09	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,08	0,06
20	0,11	0,14	0,15	0,17	0,17	0,18	0,18	0,18	0,19	0,19	0,18	0,15	0,11
21	0,16	0,20	0,22	0,24	0,24	0,25	0,25	0,25	0,26	0,26	0,25	0,22	0,18
22	0,21	0,26	0,29	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,33	0,34	0,32	0,29	0,25
23	0,27	0,32	0,35	0,37	0,38	0,39	0,39	0,39	0,40	0,42	0,39	0,36	0,33
24	0,32	0,38	0,41	0,43	0,44	0,46	0,46	0,47	0,47	0,50	0,46	0,43	0,40
25	0,37	0,44	0,47	0,49	0,51	0,53	0,54	0,55	0,55	0,58	0,54	0,51	0,48
26	0,43	0,50	0,54	0,56	0,58	0,60	0,61	0,62	0,62	0,66	0,62	0,58	0,55
27	0,49	0,57	0,61	0,63	0,65	0,68	0,68	0,69	0,70	0,74	0,70	0,65	0,62
28	0,56	0,64	0,68	0,70	0,72	0,76	0,76	0,78	0,78	0,82	0,78	0,72	0,70
29	0,63	0,71	0,75	0,78	0,79	0,84	0,84	0,86	0,86	0,90	0,86	0,80	0,78
30	0,70	0,78	0,82	0,87	0,87	0,92	0,92	0,94	0,94	0,98	0,94	0,88	0,86
35	1,10	1,17	1,22	1,24	1,30	1,32	1,33	1,35	1,36	1,39	1,34	1,27	1,25
40	1,50	1,61	1,67	1,71	1,73	1,79	1,79	1,80	1,82	1,83	1,78	1,69	1,65
50	—	2,65	2,71	2,74	2,78	2,80	2,80	2,80	2,80	2,79	2,70	2,56	2,51
60	—	3,87	3,88	3,88	3,88	3,88	3,88	3,88	3,90	3,82	3,70	3,43	3,41
70	—	5,17	5,18	5,20	5,14	5,13	5,10	5,08	5,06	4,90	4,72	4,47	4,35
80	—	—	5,62	6,59	6,54	6,46	6,38	6,30	6,26	6,06	5,82	5,50	5,33
90	—	—	8,26	8,16	8,06	7,97	7,83	7,71	7,58	7,30	6,96	6,58	6,37
100	—	—	10,01	9,87	9,72	9,56	9,39	9,21	9,03	8,64	8,22	7,76	7,42

TABLA XI

Correcciones al grado aparente en peso para referirlo a 20° C

Por ciento en peso	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90
Temperatura C	La indicación del sacarómetro se rebaja en:									
10°	0,32	0,42	0,52	0,60	0,67	0,71	0,74	0,76	0,8	0,8
11°	0,30	0,39	0,47	0,54	0,61	0,65	0,67	0,68	0,7	0,7
12°	0,27	0,35	0,42	0,49	0,54	0,58	0,60	0,61	0,6	0,6
13°	0,25	0,32	0,38	0,43	0,48	0,51	0,53	0,53	0,5	0,5
14°	0,22	0,28	0,33	0,37	0,41	0,44	0,45	0,46	0,5	0,5
15°	0,20	0,24	0,28	0,32	0,35	0,37	0,38	0,38	0,4	0,4
16°	0,16	0,19	0,23	0,26	0,28	0,30	0,30	0,30	0,3	0,3
17°	0,12	0,15	0,17	0,19	0,21	0,22	0,23	0,23	0,2	0,2
18°	0,08	0,10	0,12	0,13	0,14	0,15	0,15	0,15	0,2	0,1
19°	0,04	0,05	0,06	0,06	0,07	0,08	0,08	0,08	0,1	0,1
	La indicación del sacarómetro se aumenta en:									
21°	0,05	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,08	0,07	0,1	0,1
22°	0,10	0,11	0,12	0,14	0,14	0,15	0,16	0,15	0,2	0,1
23°	0,16	0,17	0,19	0,21	0,22	0,23	0,23	0,23	0,2	0,2
24°	0,21	0,23	0,26	0,28	0,29	0,30	0,31	0,31	0,3	0,3
25°	0,27	0,30	0,32	0,35	0,37	0,38	0,39	0,39	0,4	0,4
26°	0,33	0,36	0,39	0,42	0,45	0,46	0,47	0,47	0,5	0,4
27°	0,40	0,42	0,46	0,50	0,53	0,54	0,55	0,55	0,5	0,5
28°	0,46	0,49	0,54	0,57	0,61	0,62	0,64	0,63	0,6	0,6
29°	0,53	0,56	0,61	0,65	0,69	0,70	0,72	0,71	0,7	0,7
30°	0,60	0,63	0,68	0,73	0,77	0,79	0,80	0,79	0,8	0,8
35°	0,99	1,02	1,09	1,16	1,19	1,21	1,22	1,21	1,2	1,2
40°	1,41	1,46	1,54	1,60	1,63	1,64	1,65	1,63	1,6	1,6
50°	2,46	2,50	2,55	2,58	2,58	2,57	2,55	2,50	2,5	2,4
60°	3,68	3,73	3,72	3,67	3,61	3,57	3,50	3,41	3,3	3,2
70°	5,1	5,1	5,0	4,9	4,8	4,7	4,6	4,4	4,2	4,0
80°	7,1	7,0	6,8	6,6	6,3	6,1	5,9	5,6	5,3	5,0

2. Método refractométrico

El *índice de refracción* de las soluciones acuosas de sacarosa varía con la concentración, y en esto se funda la determinación del contenido de azúcar de una solución por medio de *refractómetros*.

Para la determinación del índice de refracción de los líquidos azucarados puede servir el *refractómetro de Abbe* (V. Cap. Aceites esenciales); las observaciones se hacen a ser posible a 20°, y el tanto por ciento (en peso) de azúcar correspondiente al índice de

refracción hallado viene dado por la Tabla XII (1), que da el tanto por ciento de azúcar de unidad en unidad, siendo fácil obtener por interpolación las décimas.

Cuando las observaciones han sido hechas a otras temperaturas, el índice de refracción hallado se corrige según la Tabla XIII (2) antes de deducir el tanto por ciento con la Tabla XII.

En vez de determinar el índice de refracción y deducir de él el tanto por ciento de azúcar como se ha dicho antes, se puede usar un refractómetro expresamente construído para los azúcares, según Herzfeld-Schönrock (3), cuya graduación expresa directamente el tanto por ciento en peso de azúcar en la solución examinada.

TABLA XII

Relación entre el índice de refracción y la concentración de las soluciones sacarinas

Índice de refr. a 20º	Azúcar % en peso	Índice de refr. a 20º	Azúcar % en peso	Índice de refr. a 20º	Azúcar % en peso	Índice de refr. a 20º	Azúcar % en peso	Índice de refr. a 20º	Azúcar % en peso
1,3330	0	1,3606	18	1,3920	36	1,4285	54	1,4700	72
1,3344	1	1,3622	19	1,3939	37	1,4307	55	1,4725	73
1,3359	2	1,3639	20	1,3958	38	1,4329	56	1,4750	74
1,3374	3	1,3655	21	1,3978	39	1,4351	57	1,4775	75
1,3388	4	1,3672	22	1,3997	40	1,4373	58	1,4800	76
1,3403	5	1,3689	23	1,4016	41	1,4396	59	1,4825	77
1,3418	6	1,3706	24	1,4036	42	1,4418	60	1,4850	78
1,3433	7	1,3723	25	1,4056	43	1,4441	61	1,4876	79
1,3448	8	1,3740	26	1,4076	44	1,4464	62	1,4902	80
1,3464	9	1,3758	27	1,4096	45	1,4486	63	1,4928	81
1,3479	10	1,3775	28	1,4117	46	1,4509	64	1,4954	82
1,3494	11	1,3793	29	1,4137	47	1,4532	65	1,4980	83
1,3510	12	1,3811	30	1,4158	48	1,4556	66	1,5007	84
1,3526	13	1,3829	31	1,4179	49	1,4580	67	1,5034	85
1,3541	14	1,3847	32	1,4200	50	1,4604	68	1,5061	86
1,3557	15	1,3865	33	1,4221	51	1,4628	69	1,5088	87
1,3573	16	1,3883	34	1,4242	52	1,4652	70	1,5115	88
1,3590	17	1,3902	35	1,4264	53	1,4676	71	1,5142	89
								1,5170	90

(1) Esta tabla fué compilada, hasta 65 por 100 de azúcar, por SCHÖNROCK, *Zeitschr des Ver. deutschen Zucker-Ind.*, LXI, 1911, pág. 421; y el resto por TOLMAN y SMITH, *Journ. amer. chem. Soc.*, 1906, pág. 1480 y por MAIN, *Intern. Sugar Journ.*, 1907, pág. 481.

(2) Esta tabla está calculada sobre los datos de SCHÖNROCK, l. c.

(3) Véase *Zeitchr. des Ver. der deutschen Zucker-Ind.*, 1913, pág. 760 y 1914, pág. 10.

TABLA XIII

Correcciones del índice de refracción hallado a temperatura diversa de 20° para obtener el índice a 20°

(en unidades de la cuarta decimal).

Por ciento en peso de azúcar	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70
Temperatura C.	El índice de refracción se rebaja en:														
10°	7	8	9	10	11	11	12	13	14	15	16	16	17	18	19
11°	7	7	8	9	10	10	11	12	13	13	14	15	15	16	17
12°	6	7	7	8	9	9	10	11	11	12	13	13	14	15	15
13°	5	6	6	7	8	8	9	9	10	10	11	12	12	13	13
14°	5	5	6	6	7	7	8	8	9	9	10	10	10	11	11
15°	4	4	5	5	6	6	6	7	7	8	8	8	9	9	10
16°	3	4	4	4	5	5	5	6	6	6	6	7	7	7	8
17°	2	3	3	3	3	4	4	4	4	5	5	5	6	6	6
18°	2	2	2	2	2	3	3	3	3	3	3	3	3	4	4
19°	1	1	1	1	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2
	El índice de refracción se aumenta en:														
21°	1	1	1	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2
22°	2	2	2	2	2	3	3	3	3	3	3	3	4	4	4
23°	3	3	3	4	4	4	4	4	5	5	5	5	5	6	6
24°	4	4	4	5	5	5	6	6	6	6	7	7	7	7	8
25°	5	5	6	6	6	7	7	7	8	8	8	9	9	9	10
26°	6	6	7	7	8	8	8	9	9	10	10	10	11	11	12
27°	7	7	8	8	9	9	10	10	11	11	12	12	13	13	14
28°	8	9	9	10	10	11	11	12	12	13	13	14	15	15	16
29°	9	10	11	11	12	12	13	13	14	15	15	16	16	17	18
30°	10	11	12	12	13	14	14	15	16	16	17	18	18	19	20
31°	12	12	13	14	15	15	16	17	17	18	19	19	20	21	22
32°	13	14	14	15	16	17	18	18	19	20	21	21	22	23	24
33°	14	15	16	17	18	18	19	20	21	21	22	23	24	25	26
34°	16	16	17	18	19	20	21	22	22	23	24	25	26	27	28
35°	17	18	19	20	21	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
36°	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32

3. Método polarimétrico

1. **Poder rotatorio.**—Con esta denominación se designa la conocida propiedad que tienen muchas substancias orgánicas (substancias ópticamente activas), entre ellas los azúcares, cuando son atravesa-

das en estado líquido o en disolución por un rayo de luz polarizada, de hacer girar el plano de polarización en cierto ángulo respecto a determinada posición del mismo plano. La rotación puede ser de izquierda a derecha o de derecha a izquierda, y de aquí la distinción de las substancias ópticamente activas en *dextrógiras* y *levógiras*, según desvíen hacia la derecha o hacia la izquierda el plano de la luz polarizada.

La rotación, para un mismo líquido, es proporcional al espesor de la capa líquida atravesada por la luz. Además, el ángulo de rotación para una misma substancia depende:

1.° De la concentración de la solución. En algunos casos la rotación es proporcional a la concentración; en cambio, en otros casos, se aparta más o menos de la proporcionalidad.

2.° De la temperatura. Tiene para ciertas substancias una influencia pequeñísima, y para otras una influencia notable; en algunos casos la rotación aumenta, en otros disminuye al crecer la temperatura. Para eliminar esta causa de variación se suelen referir las rotaciones a una misma temperatura, generalmente a 20° C.

3.° De la longitud de onda de los rayos luminosos empleados. Los rayos de longitud de onda menor, es decir los más refrangibles, sufren una rotación mayor; por tanto ésta es mínima para los rayos rojos, máxima para los violetas. Cuando se quiere eliminar esta causa de variación, se determinan las rotaciones para una luz monocromática dada; de ordinario se emplea la luz amarilla del sodio, correspondiente a la raya D de Fraunhofer.

4.° De la naturaleza del disolvente. Para algunas substancias activas la rotación varía con el disolvente empleado, en igualdad de las demás condiciones.

5.° Una última causa de variación es debida al fenómeno de la *multirrotación*, por el cual algunas substancias activas presentan, en una solución recién preparada, una rotación distinta de la que presentan al cabo de algún tiempo, y de aquí que su poder rotatorio no adquiera un valor definitivo y constante más que pasado un tiempo más o menos largo.

Para expresar las rotaciones producidas por diversas substancias, refiriéndolas a las mismas condiciones, de modo que sean comparables entre sí, se calcula el *Poder rotatorio específico*, es decir «el ángulo de rotación que produciría un líquido que contuviera en 1 cm^3 1 gr de substancia activa, cuando el rayo de luz polarizada atravesara una capa de él, de un decímetro de espesor». El poder rotatorio específico se suele indicar con el símbolo $[\alpha]$ y cuando se refiere, como de ordinario, a la luz amarilla del sodio y a la temperatura de 20° C, con $[\alpha]_D^{20}$.

Para las substancias activas líquidas a la temperatura del expe-

rimento, examinadas directamente y no en disolución, el poder rotatorio específico viene dado por la fórmula

$$[\alpha] = \frac{\alpha}{l\,d}$$

en la cual

α = ángulo de desviación a la derecha (+) o a la izquierda (—) observado, expresado en grados de círculo y decimales de los mismos;

l = longitud de la capa líquida en decímetros;

d = peso específico del líquido a la temperatura del experimento, referido al agua a 4° C.

Para las substancias activas examinadas en disolución (en disolvente inactivo), el poder rotatorio específico viene dado por la fórmula:

$$[\alpha] = \frac{100\ \alpha}{l\,c}$$

en la cual α y l tienen el mismo significado que en el caso anterior, c representa la concentración, es decir el número de gramos de substancia activa en 100 cm^3 (1) de solución, medidos a la temperatura de la observación.

Si p es el tanto por ciento en peso de substancia activa en la solución y d el peso específico de la misma a la temperatura de la observación (referido al agua a 4° C), será $c = pd$, y la fórmula quedará transformada así:

$$[\alpha] = \frac{100\,\alpha}{l\,p\,d}$$

Pero hay que advertir que en los casos en que el poder rotatorio varía con la concentración, estas dos fórmulas no dan más que el poder rotatorio específico para la concentración a que se ha verificado el experimento.

2. **Polarímetros.**—Los aparatos que sirven para la determinación de la rotación del plano de polarización, es decir del ángulo α antes mencionado, del cual se deduce el poder rotatorio específico de las diversas substancias, llámanse *Polarímetros*.

En su forma más sencilla, un polarímetro consta esencialmente de dos prismas de espato de Islandia, cortados y recompuestos de un modo especial; el tipo más sencillo y más conocido de tales prismas es el llamado *prisma de Nicol* o más brevemente *nicol* (2). Uno de

(1) Centímetros cúbicos verdaderos, es decir iguales al volumen ocupado por 100 gr de agua a 4° pesados en el vacío.

(2) Consiste en un prisma de espato de Islandia, de longitud aproximadamente triple de la anchura, con ángulos de 68°, cortado diagonalmente de manera que quede dividido en dos prismas triangulares en ángulo recto, los cuales se vuelven a reunir mediante bálsamo del Canadá. De tal modo cuando un rayo luminoso penetra en el prisma, de los dos rayos refractados, el ordinario sufre la reflexión total sobre la lámina de bálsamo, mientras el extraordinario atraviesa el prisma para salir polarizado.

los dos prismas, detrás del cual se instala un manantial de luz, está fijo, y desempeña la función de polarizar la luz, por lo que recibe el nombre de *polarizador*; el otro, ante el cual se sitúa el ojo del observador, es giratorio sobre el propio eje, y está unido a un índice que recorre un círculo graduado; llámase *analizador* porque permite atestiguar la polarización de la luz. Cuando el analizador está en una posición tal que los planos de polarización de ambos prismas son paralelos, es atravesado por los rayos polarizados en el polarizador; haciéndolo girar cierto ángulo, los mismos rayos dejan de atravesarlo completamente, y la luz llega al ojo tanto más debilitada cuanto mayor ha sido el ángulo del giro, hasta que para un ángulo de 90°, es decir cuando los planos de polarización de ambos prismas son normales entre sí, la luz deja de atravesar el analizador, y el campo visual aparece obscuro; en tal posición, el índice debe hallarse en el cero del círculo graduado.

Si entonces se interpone entre ambos prismas una substancia ópticamente activa, el plano de polarización de la luz es desviado en cierto ángulo, y el campo vuelve a aparecer más o menos iluminado; siendo preciso, para volverlo de nuevo obscuro, hacer girar un ángulo igual al analizador, y sobre el círculo graduado se leerá el ángulo de rotación buscado.

En la práctica, para facilitar las observaciones y obtener una sensibilidad mayor, se suelen introducir en el polarizador disposiciones o artificios que den en el anteojo por el cual se observa, un campo visual dividido en dos o más zonas que sólo aparecen igualmente iluminadas para una posición determinada del analizador, la cual es fácil de fijar con exactitud porque en ella la línea de separación de las diversas zonas deja casi de ser visible, y el más leve giro hace de súbito aparecer el contraste entre las zonas diversamente iluminadas. Tal posición se toma como punto de referencia, y como en ella no hay obscuridad, ni tampoco máximo de luz, los aparatos así dispuestos se llaman *Polarímetros de penumbra*.

Entre ellos, uno de los mas empleados es el de Laurent, que está representado en perspectiva en la figura 40, mientras que en la 39 están representadas esquemáticamente las partes ópticas esenciales del instrumento.

El *Polarímetro Laurent* consta de un pie que sostiene un tubo metálico horizontal, cuya parte media está dispuesta a manera de canal semicilíndrico, provisto de tapa con charnela, que permite instalar y cubrir el tubo que contiene el líquido en examen. Este canal lleva en un extremo el aparato polarizador, y en el otro el analizador. El aparato polarizador consta de una lente *L* (fig. 39) destinada a recoger los rayos procedentes de una llama de sodio (1); de un nicol

(1) Esta se obtiene mediante un mechero Bunsen, sencillo o doble, que lleva a cierta altura una chimenea; en la llama no luminosa se coloca, en la región más

polarizador *P* y de una delgada lámina de cuarzo *Q* cortada paralelamente al eje óptico del cristal, y fijada a un diafragma circular de modo que ocupe exactamente la mitad de la abertura. El aparato analizador consta de un nicol analizador *A* y de un anteojo ocular *O*, y puede girar alrededor del propio eje mediante un botón, junto con un nonius que recorre un círculo graduado y puede observarse mediante una lente.

Fig. 89.

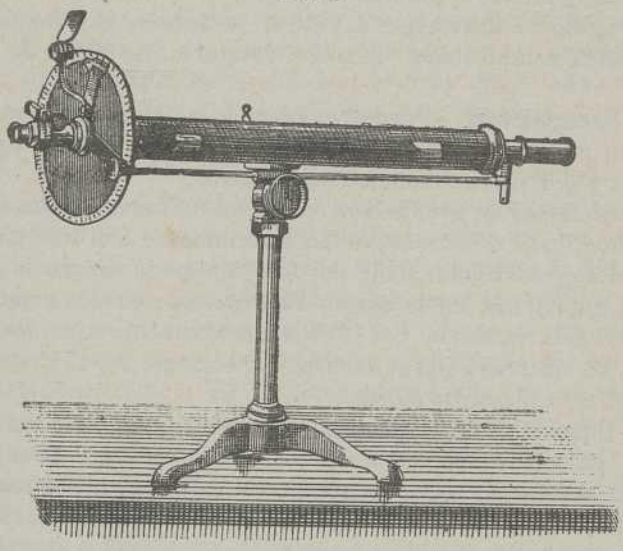


Fig. 40.

El espesor de la lámina *Q* es tal que cuando el nonius está en el cero, las dos mitades, derecha e izquierda del campo, en el ocular aparecen iluminadas con igual intensidad. Por esto, antes de usar el instrumento, se observa si estando el nonius en el cero, las dos mitades del campo aparecen igualmente iluminadas; en caso contrario, existe una desviación del cero, que se puede corregir mediante un tornillo afinador especial. Puesto así al cero el instrumento, para proceder a una observación se interpone el tubo *T*, de longitud exactamente determinada, cerrado en sus extremos por dos discos de vidrio,

---

cálida, y por medio de una cuchara de redecilla de platino, cloruro de sodio (o mejor una mezcla preparada con 380 partes de fosfato trisódico cristalizado y 59 partes de cloruro sódico, y calcinando). Para tener una luz absolutamente monocromática, se debe luego hacer pasar a través de una lámina o de una solución de bicromato potásico, que en el polarímetro Laurent puede insertarse entre *L* y *P* (fig. 39).

y que contiene la solución en examen, y se observa de nuevo (1). Si el líquido no es ópticamente activo, el campo apárece todavía uniforme; en cambio si el líquido es ópticamente activo, las dos mitades del campo aparecen iluminadas con diversa intensidad, y precisamente con la derecha más obscura si se trata de una substancia dextrógira, y con la mitad izquierda más obscura si se trata de una levógira. Gírase entonces el analizador, mediante el botón, de modo que el nonius se mueva hacia la derecha en el primer caso y hacia la izquierda en el segundo, hasta que las dos mitades del campo vuelvan a aparecer igualmente iluminadas. Entonces se lee sobre la graduación el ángulo de desviación α y de él se deduce, mediante las fórmulas antes establecidas, el poder rotatorio específico de la substancia.

3. Sacarímetros.—Para el examen de las soluciones azucaradas se suelen usar polarímetros con una graduación especial destinada a este fin y por esto se llaman *Sacarímetros*.

Los sistemas de graduación en uso en los sacarímetros son principalmente dos. En la *escala Soleil* está indicada con 100 la rotación del plano de polarización dada por una lámina de cuarzo de 1 mm de espesor. En cambio en la *escala Ventzke*, que es más comúnmente empleada, está indicada con 100 la desviación producida por una solución de sacarosa pura, de peso específico 1,1 a 17°,5 C, observada bajo un espesor de 20 cm.

a) Peso normal. — El peso de sacarosa que debe estar contenido en 100 cm^3 de solución, para que esta dé, bajo el espesor de 20 cm, la desviación 100 al sacarímetro, se llama *peso normal*.

El peso normal para la escala Soleil ha sido determinado en diversas épocas por distintos autores, con resultados algo variables (entre 16,02 y 16,47); el valor más atendible, y actualmente adoptado en Francia, es de 16,29 gr (2).

En cuanto al peso normal para la escala Ventzke, estableciόse primero que el peso de sacarosa que ha de disolverse en el volumen de 100 cm^3 (llamados centímetros cúbicos de Mohr) para tener una solución del peso específico 1,1 a 17°,5 C, es de 26,048 gr; y este número se tomó como peso normal de los sacarímetros de escala Ventzke. Por consiguiente cada grado de esta escala corresponderá a un contenido de 0,26048 de sacarosa en 100 cm^3; y de aquí que una solución que contenga en 100 cm^3 el peso normal de un producto que contenga sacarosa (y ninguna otra substancia ópticamente acti-

---

(1) Por lo que respecta a la construcción de los tubos y a las precauciones que se han de tomar al hacer las observaciones, véase más adelante lo que se dice para los sacarímetros.

(2) *Sucrerie indigène*, LVI, 1900, pág. 295. Véase también Nasini y Villavecchia: Sul peso normale pei saccarimetri; *Ann. Labor. Chim. Centr. Gabelle*, II, 1893, pág. 47.

va), observada en las mismas condiciones, dará una desviación tal que el número leído en la escala representará directamente el tanto por ciento de sacarosa en la substancia.

Hay que precisar lo que se entiende con la denominación de *centímetros cúbicos de Mohr*. Un centímetro cúbico de Mohr representa el volumen ocupado a la temperatura de 17°,5 C por 1 gr de agua, pesado en el aire con pesas de latón. De modo que, teniendo en cuenta el coeficiente de dilatación del agua, 100 cm^3 Mohr equivalen a 100,235 cm^3 verdaderos (por lo tanto 100 cm^3 verdaderos a 17°,5 de solución normal de sacarosa, contendrán 25,987 gr). Los matraces tarados que se usan en los análisis de los azúcares, cuando se adopta el peso normal señalado, se han medido según Mohr, y para comprobarlos débese verificar que el agua destilada contenida a 17°,5 hasta la señal, pesa exactamente el número de gramos marcado sobre el matraz.

Pero hay que advertir que la Comisión internacional para los métodos unitarios de análisis de los azúcares, en la reunión celebrada en París en 1900, a base de las deliberaciones de los Congresos internacionales de Química aplicada, decidió adoptar también en los análisis de azúcares como unidad de volumen el *centímetro cúbico verdadero* (igual al volumen ocupado a 4° C por un gramo de agua pesado en el vacío) en vez del de Mohr; y estableció que los volúmenes se debiesen medir a 20° C, temperatura a la cual se hacen también las observaciones polarimétricas. El peso normal que se ha de adoptar cuando se opera en tales condiciones es de 26 gr (1); es decir la rotación 100 en los sacarímetros de escala Ventzke se obtiene disolviendo 26,000 gr de sacarosa pura, pesados al aire con pesas de latón (equivalentes a 26,016 gr pesados en el vacío), en 100 cm^3 verdaderos (igual al volumen de 100 gr de agua a 4°C pesados en el vacío) a 20°C, y polarizando a 20° en tubo de 20 cm. Para la comprobación de las vasijas construídas según esta nueva definición, basta advertir que 100 cm^3 verdaderos de agua a 20° pesan 99,7174 gr, pesados al aire con pesas de latón (igual a 99,8234 gr pesados en el vacío). Bastará por lo tanto llenar a 20° el matraz con agua destilada hasta la señal; el peso del agua, si el matraz es de 100 cm^3 verdaderos a 20°, deberá ser el expresado (2).

Hay que observar que en todo caso una aproximación de algunos miligramos en la comprobación de los matraces de 100 cm^3 es más que suficiente, pues bastan las variaciones ordinarias de densidad del aire para determinar diferencias en la 3.ª cifra decimal. Para

---

(1) Ultimamente se ha propuesto la adopción de una escala sacarimétrica única, con el peso normal de 20 gr, pero hasta ahora no ha entrado en uso.

(2) V. *Zeitschr. des Ver. der deustschen Zucker-Ind.*, 1900 (parte gen.), pág. 357.

el uso común, se podrán emplear matraces cuyo error no exceda de ± 0,05 por 100 cm³.

b) DESCRIPCIÓN DE LOS APARATOS. — Todo polarímetro de penumbra, convenientemente graduado, puede usarse como sacarímetro. Así los polarímetros Laurent llevan a veces sobre el círculo graduado, además de la graduación en grados de círculo, la escala sacarimétrica: ordinariamente la de Soleil, cuyo punto 100 corresponde a 21°40′ de círculo.

Pero los sacarímetros de escala Ventzke, comúnmente usados (también de penumbra) están construídos según otro sistema, llamado de *compensación*, y pueden ser de dos tipos principales: *de compensación simple* y *de compensación doble*. Ante todo se indicará sumariamente la disposición de las partes ópticas esenciales de estos dos tipos de sacarímetros, y luego se describirá con mayores detalles la construcción del modelo más reciente y más perfeccionado.

En los *sacarímetros de compensación simple*, cuyas partes ópticas están esquemáticamente representadas en la figura 41, los

Fig. 41.

rayos luminosos atraviesan ante todo un sistema de lentes convergentes *L* destinado a concentrarlos en el polarizador de penumbra *P* (construído según el principio de Jellet y Cornu, o bien según Lippich), el cual permite tener el campo visual dividido en dos partes separadas por una línea recta vertical. Los rayos así polarizados atraviesan el tubo *T*, que contiene la solución en examen; luego una lámina de cuarzo *H* de caras paralelas, y sucesivamente, dos laminillas de cuarzo cuneiformes *M* y *N* dotadas de poder rotatorio de signo contrario al de la lámina *H*. De esas dos laminillas, que constituyen el *Compensador*, una, *N*, es fija, mientras la otra, *M*, puede correr lateralmente, quedando siempre paralela a sí misma, con objeto de variar el espesor total de cuarzo del compensador, como si éste estuviese formado por una única lámina de cuarzo de caras paralelas cuyo espesor pudiese hacerse variar a voluntad. Sigue al compensador el nicol analizador *A*, y por fin un anteojo ocular *O*. Cuando el tubo *T* no está interpuesto, y la cuña móvil *M* está en una posición tal que el espesor total de las dos cuñas es igual al de la lámina *H*, las dos mitades del campo del ocular están iluminadas con la misma intensidad en tal posición el cero de la escala (marcada en la armadura de la cuña móvil) coincide con el del nonius (marcado en la armadura de la cuña fija). En cambio si se interpone el tubo *T* que contiene la solución azucarada, las dos mitades del campo del

ocular aparecen diversamente iluminadas y para obtener de nuevo la uniformidad hay que correr la cuña móvil hasta que la diferencia de espesores entre la lámina *H* y el sistema *MN* compense el poder rotatorio de la solución. La graduación de la escala está hecha de suerte que una solución que contenga el peso normal de sacarosa pura en 100 cm³, observada en las condiciones prescritas, de la uniformidad del campo cuando el cero del nonius coincide con el 100 de la escala.

En los *sacarímetros de doble compensación*, cuyas partes ópticas están esquemáticamente representadas en la figura 42, en lugar de la lámina de cuarzo de caras paralelas señalada con *H* en el caso precedente, existen otras dos laminillas cuneiformes, una fija *K* y otra móvil *H*, dotadas de poder rotatorio de signo contrario al de las otras dos laminillas *M* y *N* (y provistas también de otro nonius y de otra escala); las demás partes ópticas corresponden a las ya señaladas en los sacarímetros de compensación simple. Cuando, suprimido el tubo *T*, los ceros de ambas escalas coinciden con los de los

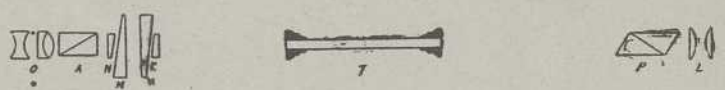


Fig. 42.

respectivos nonius, el campo aparece uniformemente iluminado: mas al interponer la solución del peso normal de sacarosa en 100 cm³, y moviendo una de las cuñas móviles, cuya *escala* se llama de *trabajo*, mientras la otra, cuya *escala* se llama de *verificación*, se mantiene en el cero, se obtendrá de nuevo la uniformidad cuando la escala de trabajo señalará 100. Después, separado el líquido, y corriendo la escala de verificación hasta regenerar la uniformidad del campo, la escala de verificación tendrá que indicar el mismo número que la de trabajo.

Los modelos de sacarímetros más recientes están representados en la fig. 44, y sus partes ópticas están esquemáticamente diseñadas en la fig. 43. Muestra esta última que tales aparatos son de doble compensación, y sólo difieren de los anteriormente descritos por el polarizador, que está construído según el principio de Lippich y formado por un sistema de tres prismas, y permite tener el campo visual dividido en tres zonas, en vez de dos, mediante dos líneas rectas verticales; cuando el campo no está uniformemente iluminado, las dos zonas extremas están iluminadas con igual intensidad, y diversamente de la zona media.

El instrumento está sostenido por una pesada base, de doble pie, que le da gran estabilidad, y está formado por un tubo horizontal cuya porción central, como en todos los polarímetros, está

vaciada en forma de canal semicilíndrico, provisto de tapa con charnela, y destinado a contener el tubo con la solución azucarada. En un extremo del instrumento se encuentra el aparato polarizador, y en el otro el analizador; éste se halla enteramente encerrado en una caja metálica, con lo que las cuñas y las escalas quedan preservadas del polvo y de los agentes externos, con incontestable ventaja respecto a los modelos de sacarímetros menos recientes, en que tales partes quedaban al descubierto. Las cuñas móviles se corren me-

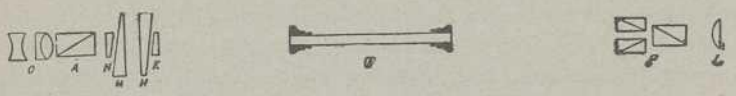


Fig. 43.

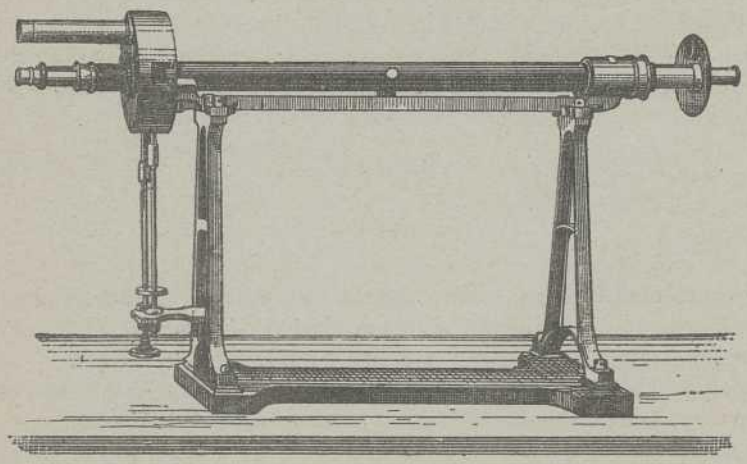


Fig. 44.

diante largos tornillos, visibles a la izquierda y en la parte inferior de la fig. 44 (el tornillo más bajo corresponde a la escala de trabajo; el más alto a la de verificación); las escalas y los nonius, trazados en la parte superior de la armadura metálica de las cuñas, son reflejados en el campo de un anteojo separado, situado sobre el ocular, y también visible a la izquierda, en la figura.

Antes de emplear el aparato, hay que comprobarlo. Para la comprobación del cero, basta observar si estando la escala de verificación en el cero, y moviendo la escala de trabajo hasta que las zonas del campo aparecen iluminadas con igual intensidad, también la escala de trabajo se halla en el cero; de no suceder así, se puede arreglar el aparato corriendo con cautela una de las cuñas fijas, mediante una clavija especial. Para comprobar el 100 y otros puntos de la escala, se hacen observaciones sirviéndose de soluciones de

sacarosa pura de título determinado (1), o bien de láminas de cuarzo de rotación exactamente conocida, siguiendo perfectamente todas las normas que se prescribirán al describir el modo de proceder a las observaciones.

c) LÁMPARAS.—Atendiendo ahora brevemente a los accesorios del sacarímetro, se trata ante todo de las lámparas. Los sacarímetros de compensación no requieren para las observaciones la luz amarilla como los del tipo Laurent: para ellos se emplea la luz blanca, que debe ser viva y constante. Los más antiguos tipos de lámpara a tal fin empleados eran de gas o de petróleo, formadas de varias llamas de abanico, situadas una tras otra y envueltas por un cilindro metálico ennegrecido que sólo dejaba pasar la luz anteriormente por una abertura circular. Esta se hallaba de ordinario provista de una lente, llamada de condensación, cuya presencia se ha visto después que era inconveniente, porque no hace más que estorbar la marcha de los rayos luminosos en el aparato. Las lámparas de tipo más reciente son en cambio lámparas de gas (y a veces de alcohol) provistas de manguito de incandescencia, y colocadas en un cilindro metálico ennegrecido que tiene anteriormente una abertura cerrada por un cristal esmerilado; o bien lámparas eléctricas de incandescencia, de mucha intensidad luminosa (32 ó 50 bujías), esmeriladas y abrigadas también por un cilindro metálico; éstas tienen la gran ventaja de ser poco caloríficas y no hacer variar por lo tanto notablemente la temperatura del ambiente y del instrumento, lo cual tiene especial importancia cuando hay que proceder a muchas observaciones sucesivas (2).

El manantial luminoso debe estar colocado en la dirección del eje del aparato, con objeto de iluminar uniformemente el campo visual, y a conveniente distancia para que las observaciones sean lo más nítidas posible; y ya no debe moverse en todo el curso de las observaciones (3).

Debe advertirse que en algunos casos, y especialmente cuando se deben observar líquidos casi incoloros, puede presentarse el inconveniente de que las zonas del campo visual se presenten de un color

---

(1) La sacarosa que debe emplearse para esta verificación se cristaliza varias veces en agua, después se precipita de la solución acuosa con alcohol y al fin se deseca a 60°-70° hasta peso constante. No debe contener agua y cenizas en cantidad sensible y no debe dar reacción alguna con el líquido de Soldaini (V. más adelante, Método químico, pág. 150 nota 2).

(2) Constrúyense también aparatos de iluminación eléctricos unidos de un modo estable al mismo polarímetro.

(3) Más precisamente, la distancia de la lámpara al instrumento debe ser tal que la imagen de la punta de un hilo situado inmediatamente delante del manantial de luz, se forme netamente sobre una hoja de papel blanco apoyada en el diafragma del analizador; en todo caso esa distancia no debe ser menor de 15 cm, a fin de que el calor de la lámpara no dañe las partes ópticas del aparato o no altere los resultados de las observaciones.

algo distinto, que no permita apreciar exactamente las diferencias de intensidad luminosa. Puede obviarse este inconveniente introduciendo en el tubo ocular una laminilla de bicromato potásico, o mejor, interponiendo entre la lámpara y el sacarímetro una cubeta de vidrio de caras paralelas (el llamado filtrarrayos de Landolt), llena de una solución acuosa de la misma sal (1); así los rayos más refrangibles son absorbidos y el campo toma un color amarillo uniforme.

d) Tubos sacarimétricos. — Los tubos sacarimétricos son generalmente de vidrio; tienen de ordinario la longitud de 20 cm, pero los hay de longitud mayor (30, 40, 50 y 60 cm) para líquidos de pequeño poder rotatorio, y menor (10, 5, 2 ½ cm) para líquidos muy colorados. Ciérranse los extremos con discos de vidrio sujetos mediante cierres de tornillo (o bien con resorte, o solo por rozamiento) guarnecidos interiormente con anillos de goma elástica. Es importante que la longitud de los tubos sea rigurosamente exacta, lo que se comprueba mediante especiales aparatos de verificación, fundados, como la máquina de dividir, en el empleo de un tornillo micrométrico (2). Por sus extremos deben estar cortados según planos exactamente normales al eje; los cristales de cierre han de ser de caras exactamente planas y paralelas y de vidrio límpido y ópticamente inactivo. Los tubos se llenan inmediatamente antes de la observación, y al terminarla se limpian cuidadosamente sin demora.

Para llenarlos, después de haberse asegurado de que están limpios y enjutos, se cierran primero por uno de los extremos, se apoyan verticalmente con el extremo abierto hacia arriba, y se vierte la solución hasta que en la abertura superior del tubo forme un menisco convexo. Adáptase entonces el disco de vidrio, haciéndolo correr horizontalmente desde el borde del tubo, y expulsando así el líquido sobrante, que al mismo tiempo se absorbe con una tira de papel de filtro. Ciérrase inmediatamente con la armadura de tornillo y se aprieta lo suficiente para que el cierre sea perfecto, pero sin apretar desmesuradamente.

Para comprobar, cuando convenga, la temperatura del líquido, en cuanto se acaban de practicar las observaciones, se abre el tubo por un extremo y se introduce un termómetro. Pero es mejor todavía, en los casos en que las variaciones de temperatura influyen notablemente en los resultados, usar tubos especiales, provistos de una

---

(1) Para tener observaciones sacarimétricas confrontables, se debería siempre interponer la solución arriba indicada de bicromato. Esta debería tener una concentración de 6 por 100 y un espesor de 1,5 cm.

(2) Entre los tubos usualmente empleados, es decir de 20 cm, hay que rehusar aquellos cuya longitud difiera de 20 cm en más de 0,1 mm; o por lo menos habrá que aplicar una corrección a los resultados de las observaciones.

rama en T, en la que se adapta un tapón atravesado por un termómetro, y rodeados por una envoltura metálica por la que se hace circular agua a temperatura constante.

Para examinar sucesivamente y con rapidez diversos líquidos, como sucede a menudo en las azucareras, se han ideado tubos llamados de polarización continua, provistos de dos tubuladuras hacia los extremos; aspirando por una de ellas, que está enlazada a un tubo de goma doblado en forma de sifón, el líquido entra por la otra; verificada la observación se hace salir el líquido y se introduce otro para la nueva observación, y así sucesivamente.

e) Modo de hacer las observaciones.—Las observaciones polarimétricas deben hacerse en un gabinete obscuro, a ser posible de paredes negras.

Colocada la lámpara en la posición conveniente, se observa el campo del aparato, por medio del anteojo ocular, procurando que el cuerpo del observador se halle en posición cómoda y natural, de modo que pueda mirar en la dirección del eje del aparato; el ojo debe distar 1-3 cm del anteojo.

Moviendo convenientemente el ocular y uno de los dos tornillos inferiores, se adapta el instrumento a la propia vista, de suerte que se perciban las separaciones entre las zonas verticales del campo (dos o tres según los sacarímetros) en forma de línea recta y delgada. El campo debe aparecer además perfectamente circular y bien iluminado en toda su extensión; si esto no ocurre, se podrá conseguir moviendo convenientemente la lámpara.

Realizadas estas operaciones preliminares, se procede a las observaciones, advirtiendo que, para apreciar con seguridad las pequeñas diferencias de uniformidad del campo, es conveniente, entre una y otra observación, dejar descansar la vista por medio minuto aproximadamente.

Considerando en particular los sacarímetros de graduación Ventzke, cada una de sus escalas se extiende de 0 a + 100 por la parte de los números positivos, y de 0 a — 30 por la parte de los números negativos; el nonius está dividido en 10 partes, cuya longitud total equivale a 9 divisiones de la escala.

Para proceder a las lecturas, se observa ante todo si una división de la escala coincide exactamente con el cero del nonius; en tal caso el número de esta división indica directamente el número de grados que hay que anotar. En caso contrario se tomará como número entero, el grado de la escala que precede inmediatamente al cero del nonius, y como número de décimas, la división del nonius que coincida con una de las de la escala, contando a partir del cero o del 10 del nonius, según que la lectura sea positiva o negativa. Si las escalas son suficientemente claras y aumentadas se pueden apreciar también las medias décimas.

EJEMPLOS: Algunos ejemplos, referidos a las siguientes figuras, esclarecerán mejor la manera de hacer las lecturas.

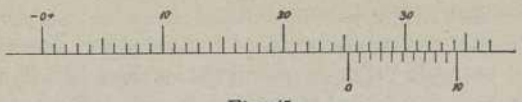


Fig. 45.

En la fig. 45, el cero del nonius está entre las divisiones + 25 y + 26, y la división 3.ª del nonius coincide con una división de la escala: se leerá + 25,3.

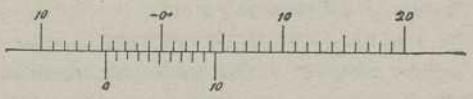


Fig. 46.

En la figura 46 el cero del nonius está entre las divisiones — 4 y — 5 de la escala, y la división 4.ª del nonius (es decir, 6.ª contando del 10 hacia el cero) coincide con una división de la escala: se leerá — 4,6.

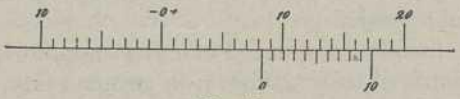


Fig. 47.

En la figura 47, el cero del nonius se halla entre las divisiones + 8 y + 9 de la escala; ninguna división del nonius coincide precisamente con una de la escala, pero las divisiones 2.ª y 3.ª del nonius están ambas comprendidas entre dos divisiones consecutivas (la 10.ª y la 11.ª) de la escala, de donde que si estuvieran marcadas las divisiones correspondientes a los medios grados, la 2,5 del nonius coincidiría con una división (la 10,5) de la escala: se leerá + 8,25.

Las observaciones se hacen de diferente modo según se emplee un sacarímetro de compensación simple o doble.

a) Si el sacarímetro es de compensación simple, se procede así:

1.° Se da vuelta al tornillo de la escala hasta que el campo aparece uniformemente iluminado, y con ligeros movimientos en ambos sentidos se llega al punto preciso en que la separación entre las dos zonas del campo deja de percibirse, o se percibe lo menos posible. Léese entonces la escala, que debe marcar 0 si el aparato está perfectamente regulado; si hay alguna diferencia, y no se quiere eliminar regulando el aparato con la clavija especial, se lee por medio del nonius, teniendo en cuenta el signo.

2.° Colócase el tubo con la solución en el sacarímetro, y se da vuelta al tornillo hasta que el campo aparece otra vez uniformemente iluminado. Léese de nuevo la escala, y a la lectura se agrega o resta el resultado de la anterior, segun sean de signo contrario o del mismo signo.

b) Si el sacarímetro es de doble compensación, se procede así:

1.° Colócase el tubo con la solución en el sacarímetro; pónese exactamente al cero la escala de verificación, y se da vuelta al tornillo más bajo, correspondiente a la escala de trabajo, hasta que el campo aparece uniforme: léese entonces la escala de trabajo.

2.° Quítase el tubo, regenérase la uniformidad del campo moviendo el tornillo más alto, de la escala de verificación, y se lee esta última, que dará un número igual o próximo al de la lectura precedente.

3.° Vuélvese a colocar el tubo en el sacarímetro, regenérase la uniformidad del campo moviendo el tornillo de la escala de verificación y se lee esta última, que indicará un número igual o próximo a cero.

4.° Quítase otra vez el tubo, vuélvese el campo a la uniformidad con el tornillo de la escala de trabajo, y se lee esta última, que dará también un número igual o próximo a cero.

Hechas estas cuatro lecturas, se calcula el resultado tomando el promedio de las dos primeras y el de las otras dos (teniendo en cuenta los signos); luego se suman o se restan los dos promedios, según sean de signo contrario o del mismo signo.

EJEMPLOS: Las reglas expuestas son aclaradas por los siguientes ejemplos:

A	Lecturas:	(1.ª) + 89,3	(3.ª)	+ 0,1	
		(2.ª) + 89,5	(4.ª)	− 0,2	
	Promedios:	+ 89,4		− 0,05	
	Resultado:	+ 89,45			
B	Lecturas:	(1.ª) + 45,15	(3.ª)	+ 0,05	
		(2.ª) + 45,25	(4.ª)	+ 0,15	
	Promedios:	+ 45,20		+ 0,10	
	Resultado:	+ 45,10			
C	Lecturas:	(1.ª) − 7,10	(3.ª)	0	
		(2.ª) − 7,15	(4.ª)	− 0,05	
	Promedios:	− 7,13		− 0,03	
	Resultado:	− 7,10			

4. Constantes polarimétricas de los principales azúcares.—En la tabla XVIII están compiladas las constantes polarimétricas de los azúcares que más comúnmente pueden encontrarse en el análisis de los productos comerciales; y sobre ellas se darán aquí algunas indicaciones:

a) CONSTANTES PARA LOS POLARÍMETROS EN GRADOS DE CÍRCULO. —El poder rotatorio específico de los diversos azúcares ha sido determinado por varios autores y ha sido también estudiada su variación con la concentración y la temperatura. En la tabla citada figuran ante todo, en una primera columna, los valores de $[\alpha]_D^{20}$ considerados como más atendibles; los cuales, para aquellos azúcares cuyo poder rotatorio varía sensiblemente con la concentración, deben tomarse como valores medios para las concentraciones más usuales (10-15 por 100 aproximadamente).

En cuanto a las variaciones que dichos poderes rotatorios sufren al variar la concentración y la temperatura, hay que observar cuanto sigue:

Para la *sacarosa*, el valor + 66,5 dado por la tabla se puede considerar como casi constante, al menos para concentraciones hasta la normal (26 gr en 100 cm³), y está deducido por la fórmula (1):

$$[\alpha]_D^{20} = 66{,}438 + 0{,}010312\,p - 0{,}00035449\,p^2$$

en la que p es el tanto por ciento de sacarosa en la solución, y que vale para los valores de p comprendidos entre 3 y 65. Tampoco la variación con la temperatura es muy notable; para concentraciones próximas a la normal y para temperaturas entre 10° y 32°, de los datos de Schönrock (2) se deduce que el poder rotatorio específico de la sacarosa disminuye en 0,0144 por cada grado de aumento en la temperatura.

Para el *azúcar invertido* la variación de poder rotatorio con la concentración es bastante notable, y aun lo es más con la temperatura.

La variación con la concentración está expresada por las siguientes fórmulas (3):

$$[\alpha]_D^{20} = -19{,}447 - 0{,}06068\,p + 0{,}000221\,p^2$$

en la que p es el tanto por ciento de azúcar invertido en la solución, y que vale para valores de p comprendidos entre 9 y 68; o bien:

$$[\alpha]_D^{20} = -19{,}657 - 0{,}03611\,c$$

siendo c el peso de azúcar invertido en 100 cm³, y que vale hasta $c=35$. El valor —20,2 dado por la tabla está deducido de estas fórmulas, para concentraciones próximas a 15 por 100.

La variación con la temperatura está indicada por la fórmula siguiente, que vale entre 0° y 30°, y de la cual se deduce, para temperaturas próximas a 20°, una diminución del poder rotatorio de unos 0,31 por cada grado de aumento en la temperatura:

$$[\alpha]_D^t = [\alpha]_D^{20} + 0{,}30406\,(t-20) + 0{,}001654\,(t-20)^2.$$

Para la *glucosa* el poder rotatorio específico varía algo con la concentración, mientras la temperatura ejerce sobre el mismo una influencia despreciable. El valor + 52,8 dado en la tabla, se puede

---

(1) Nasini y Villavecchia: Sul peso normale pei saccarimetri; *Ann. Labor. chim. Centr. Gabelle*, tomo II, 1893, pág. 47.

(2) *Zeitschr. des Ver. der deutschen Zucker-Ind.*, 1900, L, pág. 413-434.

(3) Gubbe: *Zeitschr. des Vereins für Rübenzucker-Ind.*, 1884, XXXIV, página, 1345.

considerar como bastante exacto para concentraciones de 10 a 15 por 100, como resulta de la fórmula (1):

$$[\alpha]_D = 52{,}50 + 0{,}018796\ p + 0{,}00051683\ p^2$$

siendo p el tanto por ciento en peso de glucosa (anhidra) en la solución.

Para la *levulosa* o *fructosa*, el poder rotatorio específico varía muy notablemente con la concentración y con la temperatura los datos que se tienen respecto a esta substancia son menos seguros y concordantes que los que se refieren a otros azúcares, debido también a la dificultad de tenerla cristalizada y pura. El valor —93 señalado en la tabla, que está bastante en armonía con los adoptados para la glucosa y el azúcar invertido, resulta, para concentraciones próximas a 10 por 100, de la fórmula (2):

$$[\alpha]_D^{20} = -(91{,}90 + 0{,}111\ p)$$

donde p es el tanto por ciento de levulosa en la solución, y que vale para los valores de p comprendidos entre 3 y 30. En cuanto a la variación con la temperatura, se puede admitir que para concentraciones medias, el aumento de 1° en la temperatura rebaja el poder rotatorio específico de la levulosa en 0,67.

Para la *maltosa*, la variación del poder rotatorio específico con la concentración y con la temperatura está expresada en la siguiente fórmula (3):

$$[\alpha]_D^t = 140{,}375 - 0{,}01837\ p - 0{,}095\ t$$

en la cual p es el tanto por ciento en peso de maltosa (anhidra) en la solución y t la temperatura; de ella se deduce, para las concentraciones ordinarias y a 20°, el valor + 138,2 dado por la tabla.

Para la *lactosa* la variación del poder rotatorio específico con la concentración es despreciable, y se puede tomar (4) $[\alpha]_D^{20} = +52{,}53$ para la lactosa hidratada $C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O$. En cuanto a la variación con la temperatura, se puede admitir que por cada grado de aumento en esta el poder rotatorio específico de la lactosa disminuye en 0,075.

Para la *rafinosa* el poder rotatorio específico varía muy poco con la concentración y con la temperatura, y se puede adoptar al valor + 104,5 para la rafinosa hidratada, $C_{18}H_{32}O_{16} + 5\ H_2O$ (5). Por lo tanto es igual a 1,5715 veces el de la sacarosa, mientras que el poder rotatorio de la rafinosa anhidra es 1,1786 veces el de la rafinosa hidratada.

---

(1) Tollens: *Ber. deutsch. chem. Ges.*, 1884, XVII, pág. 2238.
(2) Ost: *Ber. deutsch. chem. Ges.*, 1891, XXIV, pág. 1636.
(3) Meissl *Journ. für prakt. Chemie*, serie 2.ª, Vol. XXV, pág. 114.
(4) Schmöger: *Ber. deutsch. chem. Ges.*, Vol. XIII, pág. 1922; Parcus y Tollens, *Liebig's Annalen der Chemie*, Vol. 257, pág. 170: Denigés y Bonnans, *Journ. de pharm. et chim.*, serie 5.ª, vol. 17, pág. 363.
(5) Tollens, *Liebig's Annalen der chemie*, Vol. 232, pág. 169.

De los poderes rotatorios específicos medios adoptados, se han deducido para cada azúcar los demás datos relativos a las observaciones polarimétricas en grados de círculo, que figuran en la tabla XVIII, es decir, los gramos de substancia que disueltos en 100 cm³ (verdaderos) a 20° C y en tubos de 20 cm desvían 1° de círculo, y los grados de círculo desviados, en las mismas condiciones, por 1 gr de substancia disuelto en 100 cm³ (verdaderos). Naturalmente que para aquellos azúcares cuyo poder rotatorio específico varía notablemente con la temperatura y con la concentración, esos datos sólo son exactos para la temperatura de 20° y para las concentraciones usuales, a las cuales se refiere el poder rotatorio específico del que se han deducido.

b) CONSTANTES SACARIMÉTRICAS.—En la tabla XVIII se han indicado también, para cada azúcar, las constantes correspondientes a las observaciones en los sacarímetros de escala Ventzke, así para el caso en que se midan los volúmenes en centímetros cúbicos verdaderos a 20°, como para el caso en que se adopten los centímetros cúbicos Mohr. Entre tales constantes, las de la *sacarosa* resultan del peso normal (26 gr ó 26,048 gr) que sirve de base a la escala sacarimétrica, y se pueden considerar valederas para toda concentración (1). En cuanto a la influencia de la temperatura sobre la rotación dada por la sacarosa en los sacarímetros, en general puede despreciarse; de todos modos convendría no alejarse mucho de los 20°, o al menos hacer las lecturas polarimétricas a la misma temperatura a que se hizo la disolución, pues si la solución se prepara a 20° y las observaciones se hacen a $t°$ (a cuya temperatura se hallan también los cuarzos del compensador) en el caso de una solución del peso normal en 100 cm³, se debería, según Schönrock (2) agregar a la rotación observada a $t°$ el valor $0{,}061\ (t - 20)$.

Las constantes sacarimétricas del *azúcar invertido* se fundan en que una solución de sacarosa que contenga el peso normal en 100 cm³, es decir que desvíe +100, contiene después de la inversión 27,419 gr de azúcar invertido si se había tomado como peso normal 26,048 gr, o 27,369 gr de azúcar invertido si el peso normal tomado era 26 gr; y que tal solución invertida, diluída hasta duplicar el volumen y observada en tubo de 20 cm, desvía — 16,33 a 20°. De aquí que el peso de azúcar invertido derivado del peso normal de sacarosa, disuelto en 100 cm³ y observado en tubo de 20 cm, desviaría (no teniendo en cuenta la variación del poder rotatorio específico con la concen-

---

(1) De éstas se deduce que, para la sacarosa, 1° Ventzke (empleando los centímetros cúbicos Mohr) equivale a 0°,3465 de círculo; tal relación varía algo de una substancia a otra por variar el poder dispersivo, pero para los diversos azúcares no es, en general, muy diferente.

(2) *Zeitschr. des Ver. deutschen Zucker-Ind.*, 1901, LI, pág. 106; 1903, LIII página 650.

tración) — 32,66 a 20°. La variación por cada grado de temperatura es 0,5 y de aquí que la rotación de la solución referida a la temperatura $t°$ puede expresarse con $-42{,}66 + 0{,}5\,t$, siendo — 42,66 la rotación a 0°. Las constantes que figuran en la tabla XVIII, deducidas de estos datos, son exactas naturalmente sólo para concentraciones próximas a la indicada (1).

Para la *glucosa*, el peso normal (es decir, el peso que disuelto en agua y diluído hasta 100 cm^3 desviaría + 100° Ventzke a la temperatura de 20° en tubo de 20 cm) deducido del poder rotatorio específico medio ya indicado, con respecto al de la sacarosa, es de 32,81 gr, midiendo el volumen en centímetros cúbicos Mohr, y 32,75 midiéndolo en centímetros cúbicos verdaderos a 20°; de estos valores se deducen las constantes de la tabla, que naturalmente sólo son exactas para las concentraciones a que se refiere el poder rotatorio específico medio adoptado.

Para la *levulosa*, las constantes sacarimétricas se deducen de las de la glucosa y del azúcar invertido; pero hay que advertir que la fuerte variación del poder rotatorio con la concentración y con la temperatura hace poco seguras las determinaciones de este azúcar basadas en observaciones polarimétricas.

Las constantes de la *maltosa* derivan de su peso normal, que es 12,55 gr si se mide el volumen en centímetros cúbicos verdaderos y 12,58 si se mide en centímetros cúbicos Mohr; las de la *lactosa* (hidratada), del peso normal de la misma, que se puede tomar respectivamente igual a 32,88 y a 32,95 gr (2); las de la *rafinosa* (hidratada), del peso normal que es respectivamente 16,545 gr y 16,576, y de ellas se han deducido las de la rafinosa anhidra.

En las determinaciones polarimétricas hay que tener siempre en cuenta la multirrotación, presentada en máximo grado por la glucosa, y en menor grado por la levulosa, por el azúcar invertido, por la maltosa, por la lactosa. Las soluciones de estos azúcares no adquieren un poder rotatorio constante hasta después de unas 24 horas de haber sido preparadas, o después de un tiempo menor a temperatura elevada.

4. Método químico

1. Licor de Fehling.—El método químico para la determinación de los azúcares se basa en el poder reductor con respecto a una solución alcalina de cobre, poseído en diverso grado por algunos azúca-

(1) V. también la nota 1 de la pág. 160.

(2) Según cálculos más atendibles, el peso normal de la lactosa sería 32,91 gr para los centímetros cúbicos verdaderos, y 32,97 para los centímetros cúbicos Mohr; pero se han mantenido las cifras dadas en el texto, que son las hasta ahora comúnmente empleadas en nuestros laboratorios, siendo las diferencias prácticamente poco sensibles.

res, y en particular por todos aquellos de que aquí se trata, exceptuados la sacarosa y la rafinosa. La reducción se manifiesta con la formación de un precipitado rojo de oxídulo de cobre. La solución cúprica generalmente empleada es el *Líquido de Fehling*, el cual consta de dos soluciones que se mezclan en el momento de usarlas. Prepáranse como sigue:

1.ª Disuélvense en agua 69,278 gr de sulfato de cobre puro cristalizado ($Cu\,SO_4 + 5\,H_2O$), y se diluye hasta un litro (1)

El sulfato de cobre que debe emplearse para la preparación de esta solución se purifica cristalizándolo repetidamente de la solución acuosa cuidando de agitar la solución durante la cristalización luego se hace secar al aire libre entre papel de filtro. Antes de emplearlo es conveniente verificar su contenido en cobre mediante una determinación electrolítica (V. Productos químicos, tomo I, Sulfato de cobre) el sulfato puro cristalizado debe contener 25,46 por 100 de cobre.

2.ª Se disuelven en agua 346 gr de sal de Seignette y 100 gr de hidrato sódico, y se diluye el líquido hasta 1 litro.

Ambas soluciones se guardan separadamente en frascos cerrados con tapón de goma a cuyo través pasa la pipeta que sirve para tomar las necesarias porciones. En el momento de usarlas, tómanse de ellas y mézclanse volúmenes iguales (2)

La determinación de los azúcares reductores con el licor de Fehling puede hacerse ponderalmente o volumétricamente, según los métodos descritos a continuación.

2. Determinación ponderal de los azúcares con el líquido de Fehling.—Los métodos ponderales que generalmente se siguen consisten en recoger el oxídulo de cobre que precipita al hacer hervir la solución azucarada con el licor de Fehling, reducirlo a cobre metálico y pesar el metal. Hay que tener presente que estos procedimientos no dan resultados atendibles más que siguiendo exactamente el modo de operar prescrito para cada caso, especialmente por lo que respecta a la dilución y al volumen de las soluciones, a la duración de la ebullición y al modo de filtrar.

---

(1) La concentración de la solución cúprica estaba en su origen basada en la hipótesis de que 1 mol de glucosa (o de azúcar invertido o de levulosa) reducía 5 mol de sulfato de cobre, lo que solo es cierto con remota aproximación y estaba calculada (con pesos atómicos antiguos), de modo que 100 cm^3 de la solución cúprica, con la cantidad correspondiente de la solución alcalina, fuesen reducidos por 1 gr de aquellos azúcares. Algunos autores han propuesto concentraciones algo distintas de la arriba indicada que es la comunmente aceptada.

(2) El líquido de Fehling presenta el inconveniente de ser, aunque en mínima proporción, reducido también por la sacarosa; de aquí que en la investigación cualitativa de pequeñas cantidades de azúcares reductores, se pueda substituir con ventaja por el *Líquido de Soldaini*, que se prepara así Disuélvense en agua 150 gr de bicarbonato potásico y 101,4 gr de carbonato neutro potásico, se agregan a la solución obtenida 100 cm^3 de la misma solución de sulfato de cobre que sirve para la preparación del licor de Fehling y se diluye con agua hasta 1 litro.

1. PROCEDIMIENTO GENERAL.—En un matraz cónico de 250-300 cm^3 se vierten, mediante dos buretas o pipetas, volúmenes iguales de las dos soluciones de Fehling, cuya cuantía será indicada para cada caso particular, y el volumen de agua destilada prescrito, y se calienta con una llama de gas, sosteniendo el matraz con una lámina de cartón de amianto provista de una abertura circular de 6,5 cm de diámetro y apoyada a su vez en una tela metálica.

La solución de la substancia en examen se agrega en algunos casos cuando el líquido comienza a hervir, y en otros ya al principio; y se mantiene la ebullición, utilizando un reloj o un cuentasegundos, exactamente durante el número de minutos prescrito, comenzando a contar en el momento en que comienza la ebullición, una vez agregada la solución azucarada. Transcurrido el tiempo prescrito, se quita la llama, se agregan unos 100 cm^3 de agua destilada fría, previamente hervida, y se filtra inmediatamente a través de un tubo de amianto (del cual se da más adelante la descripción detallada), con aspiración, cuidando de mantener el tubo siempre lleno de líquido. Lávase sin interrupción el oxídulo de cobre 12-15 veces, con agua caliente y hervida, empleando en conjunto 300-400 cm^3, y haciendo caer en el tubo las últimas partículas de oxídulo con auxilio de una pluma. Por último, se deja agotar el agua, se lava otra vez el filtro dos o tres veces con alcohol y otras dos o tres veces con éter (perfectamente neutros), se deseca rápidamente en la estufa y se calcina ligeramente, mientras se hace pasar, mediante una bomba enlazada al extremo delgado, una moderada corriente de aire con objeto de transformar el oxídulo de cobre en óxido.

Fig. 48.

Luego, dejando enfriar el tubo, se cierra el extremo más ancho con un tapón atravesado por un tubo que conduce una corriente de hidrógeno puro y seco, y teniendo el tubo ligeramente inclinado, se calienta con una llamecita, hasta quedar el óxido de cobre enteramente transformado en cobre metálico, y dejar de condensarse agua en la región fría del tubo. Déjase entonces enfriar en corriente de hidrógeno, y luego en el desecador, y se pesa; Del peso del cobre se deduce, mediante tablas especiales para cada caso, el del azúcar presente.

El tubo de amianto para filtrar (fig. 48) consta de un tubo de vidrio infusible, de paredes resistentes, de unos 12 cm de longitud y unos 2 cm de diámetro, abierto por un extremo y estirado por el otro en tubo delgado de unos 6 mm de diámetro y 8 a 10 cm de longitud y con la punta cortada oblicuamente. Para preparar el tubo para la filtración se coloca en el fondo de la parte ancha un cono de redecilla de platino, al que se superpone un estrato de unos 2 cm de

amianto, el cual debe haberse lavado en caliente con sosa cáustica, con ácido clorhídrico, con ácido nítrico y con agua; viértese disgregado en agua, en el tubo, lávase abundantemente con agua, con auxilio de una trompa de aspiración; por último se lava con alcohol y éter, se deseca en la estufa y se calcina con cuidado hasta peso constante. Para proceder a una filtración, se enchufa el tubo así preparado y tarado, en un tapón de goma que cierra un matraz cónico de paredes gruesas, provisto de tubuladura lateral enlazada a la trompa de agua; al extremo del tubo de amianto se aplica un tapón por cuyo orificio pasa un embudito, se llena hasta la mitad el tubo de agua, y haciendo funcionar la trompa, se comienza a verter el líquido que contiene en suspensión el oxídulo de cobre; prosiguiendo luego vertiéndolo como antes se ha dicho.

2. DETERMINACIÓN DE LOS DIVERSOS AZÚCARES.

a) *Glucosa.*—Empléanse 30 cm^3 de cada una de las dos soluciones de Fehling y 60 cm^3 de agua; cuando el líquido hierve, se agregan 25 cm^3 de la solución de la substancia en examen, preparada de modo que no contenga más de 1 por 100 de glucosa, y se hierve por dos minutos, procediendo luego del modo ya descrito. Del peso de cobre hallado se deduce el de la glucosa presente en los 25 cm^3 de solución azucarada empleados, mediante la Tabla XIV.

b) *Levulosa.*—Procédese exactamente como para la glucosa, y se emplea la tabla de Hönig y Jesser (1).

c) *Azúcar invertido.*—Mézclanse 25 cm^3 de cada una de las dos soluciones de Fehling, y un volumen tal de solución en examen que no contenga más de 0,245 gr de azúcar invertido; complétase con agua el volumen de 100 cm^3, y se calienta a la ebullición, que se mantiene luego por 2 minutos. El azúcar invertido presente en la solución empleada, se deduce del cobre pesado mediante la Tabla XV.

d) *Maltosa.*—Se mezclan 25 cm^3 de cada una de las dos soluciones de Fehling y 25 cm^3 de una solución de la substancia en examen, preparada de modo que no contenga más de 1 por 100 de maltosa; se calienta a la ebullición y se mantiene hirviendo por 4 minutos. La cantidad de maltosa correspondiente al cobre hallado se deduce de la Tabla XVI.

e) *Lactosa.*—Se mezclan 25 cm^3 de cada una de las dos soluciones de Fehling, con un volumen tal de la solución en examen, que no contenga más de 0,3 gr de lactosa; complétase con agua el volumen de 150 cm^3 y se calienta a la ebullición, manteniéndola por 6 minutos. La tabla XVII permite deducir, del cobre pesado, la lactosa hidratada ($C_{12}H_{22}O_{11}+H_2O$) contenida en la solución azucarada empleada.

---

(1) *Zeitschr. des Ver. für die Rübenzuckerind.*, 1888, XXXVIII, pág. 1036.

Tabla XIV

Glucosa correspondiente al cobre pesado (Allihn)

Cobre mg	Glucosa mg	Cobre mg	Glucosa mg	Cobre mg	Glucosa mg	Cobre mg	Glucosa mg	Cobre mg	Glucosa mg
10	6,1	105	53,5	200	102,6	290	151,0	380	201,4
15	8,6	110	56,0	205	105,3	295	153,8	385	204,3
20	11,0	115	58,6	210	107,9	300	156,5	390	207,1
25	13,5	120	61,1	215	110,6	305	159,3	395	210,0
30	16,0	125	63,7	220	113,2	310	162,0	400	212,9
35	18,5	130	66,2	225	115,9	315	164,8	405	215,8
40	20,9	135	68,8	230	118,5	320	167,5	410	218,7
45	23,4	140	71,3	235	121,2	325	170,3	415	221,6
50	25,9	145	73,9	240	123,9	330	173,1	420	224,5
55	28,4	150	76,5	245	126,6	335	175,9	425	227,5
60	30,8	155	79,1	250	129,2	340	178,7	430	230,4
65	33,3	160	81,7	255	131,9	345	181,5	435	233,4
70	35,8	165	84,3	260	134,6	350	184,3	440	236,3
75	38,3	170	86,9	265	137,3	355	187,2	445	239,3
80	40,8	175	89,5	270	140,0	360	190,0	450	242,2
85	43,4	180	92,1	275	142,8	365	192,9	455	245,2
90	45,9	185	94,7	280	145,5	370	195,7	460	248,1
95	48,4	190	97,3	285	148,3	375	198,6	465	259,1
100	50,9	195	100,0						

Tabla XV

Azúcar invertido correspondiente al cobre pesado (Meissl)

Cobre mg	Azúcar invertido mg	Cobre mg	Azúcar invertido mg	Cobre mg	Azúcar invertido mg	Cobre mg	Azúcar invertido mg	Cobre mg	Azúcar invertido mg
90	46,9	160	84,3	230	123,2	300	163,8	370	206,1
95	49,5	165	87,0	235	126,0	305	166,8	375	209,2
100	52,1	170	89,7	240	128,9	310	169,7	380	212,4
105	54,8	175	92,4	245	131,8	315	172,7	385	215,5
110	57,5	180	95,2	250	134,6	320	175,6	390	218,7
115	60,1	185	97,8	255	137,5	325	178,6	395	221,8
120	62,8	190	100,6	260	140,4	330	181,6	400	224,9
125	65,5	195	103,4	265	143,2	335	184,7	405	228,6
130	68,1	200	106,3	270	146,1	340	187,8	410	232,1
135	70,8	205	109,1	275	149,0	345	190,8	415	235,7
140	73,5	210	111,9	280	151,9	350	193,8	420	239,2
145	76,1	215	114,7	285	154,9	355	196,8	425	242,7
150	78,9	220	117,5	290	157,8	360	199,8	430	246,3
155	81,6	225	120,4	295	160,8	365	203,0		

TABLA XVI

Maltosa correspondiente al cobre pesado (Wein)

Cobre mg	Maltosa mg	Cobre mg	Maltosa mg	Cobre mg	Maltosa mg	Cobre mg	Maltosa mg	Cobre mg	Maltosa mg
30	25,3	85	73,2	140	122,4	195	171,6	250	220,8
35	29,6	90	77,7	145	126,9	200	176,1	255	225,3
40	33,9	95	82,1	150	131,4	205	180,5	260	229,8
45	38,3	100	86,6	155	135,9	210	185,0	265	234,3
50	42,6	105	91,0	160	140,4	215	189,5	270	238,8
55	47,0	110	95,5	165	144,9	220	193,9	275	243,8
60	51,3	115	99,9	170	149,4	225	198,4	280	247,8
65	55,7	120	104,4	175	153,8	230	202,9	285	252,2
70	60,1	125	108,9	180	158,3	235	207,4	290	256,6
75	64,5	130	113,4	185	162,7	240	211,8	295	261,1
80	68,9	135	117,9	190	167,2	245	216,3	300	265,5

TABLA XVII

Lactosa hidratada correspondiente al cobre pesado (Soxhlet)

Cobre mg	Lactosa mg	Cobre mg	Lactosa mg	Cobre mg	Lactosa mg	Cobre mg	Lactosa mg	Cobre mg	Lactosa mg
100	71,6	165	120,2	225	165,7	285	212,3	345	259,8
105	75,3	170	123,9	230	169,4	290	216,3	350	263,9
110	79,0	175	127,8	235	173,1	295	220,3	355	268,0
115	82,7	180	131,6	240	176,9	300	224,4	360	272,1
120	86,4	185	135,4	245	180,8	305	228,3	365	276,2
125	90,1	190	139,3	250	184,8	310	232,2	370	280,5
130	93,8	195	143,1	255	188,7	315	236,1	375	284,8
135	97,6	200	146,9	260	192,5	320	240,0	380	289,1
140	101,3	205	150,7	265	196,4	325	243,9	385	293,4
145	105,1	210	154,5	270	200,3	330	247,7	390	297,7
150	108,8	215	158,2	275	204,3	335	251,6	395	302,0
155	112,6	220	161,9	280	208,3	340	255,7	400	306,3
160	116,4								

3. Determinación volumétrica de los azúcares con el liquido de Fehling.—Consiste en determinar la cantidad de substancia que reduce completamente un volumen dado de licor de Fehling. Para proceder a una determinación se prepara una solución de la substancia en examen que contenga de 0,5 a 1 por 100 del azúcar reductor a determinar. Luego se vierte, en algunos matracitos iguales, un volumen igual y conocido de líquido de Fehling, que se emplea, en algunos casos, sin modificación, pero más frecuentemente diluido

con 4 volúmenes de agua, y se procede a diversas pruebas para establecer el volumen de solución azucarada necesario para reducir completamente la cantidad de líquido de Fehling que ha sido empleada. El procedimiento usual consiste en emplear, en cada ensayo, 5 cm³ de cada una de las dos soluciones (es decir, 10 cm³ de licor de Fehling), y 40 cm³ de agua (1).

En cada ensayo, se calienta primero, sobre una tela metálica, el matracito que contiene el líquido de Fehling; cuando éste comienza a hervir, se agrega, mediante una bureta, un volumen conocido de solución azucarada, se vuelve a calentar a la ebullición, y se mantiene ésta durante el número de minutos necesario (2 para la glucosa, la levulosa y el azúcar invertido, 4 para la maltosa, 6 para la lactosa). Apenas transcurrido este tiempo, se separa el matracito de la llama y se filtran en seguida algunas gotas del contenido, con un doble filtro, recogiendo el filtrado en un tubo de ensayo acidifícase con ácido acético y se agrega una gota de ferrocianuro potásico. Si aparece un precipitado o una coloración rojiza, debida a la presencia del cobre, se tendrá que no todo el líquido de Fehling empleado ha sido reducido, y por lo tanto habrá que proceder a otro ensayo con mayor cantidad de solución azucarada, hasta que el filtrado deje de dar la reacción del cobre. Si por el contrario el filtrado del primer ensayo no diese la reacción del cobre, se debería en los ensayos siguientes disminuir la cantidad de solución azucarada, hasta obtener en uno de ellos aquella reacción. En la práctica es conveniente practicar el primer ensayo sobre una cantidad insuficiente de solución azucarada, agregando luego sucesivamente en el mismo matraz más solución, y haciendo hervir de nuevo hasta que alguna gota del líquido, filtrada, deje de dar la reacción con el ferrocianuro. Así se obtiene un dato aproximado, a base del cual se puede luego, con muy pocos ensayos, llegar a tener dos pruebas en las cuales los volúmenes de solución azucarada empleados difieran entre sí en 0,1 cm³, y en una sola de las cuales de el filtrado la reacción del cobre. El promedio de estos dos volúmenes se toma como resultado definitivo y de él se deduce fácilmente el contenido de azúcar reductor en la solución, del siguiente modo

Sea a el número de centímetros cúbicos de solución azucarada empleados para reducir completamente 10 cm³ del líquido de Fehling (diluídos con 40 de agua); designando por f los gramos del azúcar reductor a determinar, que reducen 100 cm³ de líquido de Fehling

(1) Es obvio que, debiendo proceder a diversos ensayos consecutivos, se puede, para obtener mayor exactitud en la medición del volumen, preparar de una vez cierta cantidad del líquido de Fehling diluído (por ejemplo, 50 cm³ de cada una de las dos soluciones y 400 cm³ de agua), y tomar para cada ensayo 50 cm³ de la mezcla, la cual no deberá conservarse de un día para otro. Las dos soluciones han de mezclarse bien antes de diluir con agua.

TABLA XVIII

Constantes de los principales azúcares

AZÚCAR	Poder rotatorio específico $[\alpha]_D^{20}$	Gramos en 100 cm³ que desvían 1 grado			Grados desviados por 1 gr en 100 cm³			Gramos que reducen 100 cm³ de líquido de Fehling		cm³ de líquido de Fehling reducidos por 1 gr: Líquido Fehling	
		de círculo (cm³ verdaderos)	Ventzke (cm³ verdaderos)	Ventzke (cm³ Mohr)	grados de círculo (cm³ verdaderos)	grados Ventzke (cm³ verdaderos)	grados Ventzke (cm³ Mohr)	no diluído	diluído con 4 vol. de agua	no diluído	diluído con 4 vol. de agua
Sacarosa	+ 66,5	0,7519	0,26000	0,26048	1,330	3,846	3,839	—	—	—	—
Azúcar invertido . . .	— 20,2	2,475	0,8380	0,8395	—0,404	—1,193	— 1,191	0,494	0,515	202,4	194
Glucosa	+ 52,8	0,947	0,3275	0,3281	0,056	3,053	3,048	0,475	0,4945	210,4	202,2
Levulosa	— 93,0	0,5376	0,1838	0,1841	—1,860	—5,439	— 5,430	0,514	0,537	194,4	186
Maltosa	+ 138,2	0,3618	0,1255	0,1258	2,764	7,968	7,949	0,779	0,741	128,4	135
Lactosa (hidratada) . .	+ 52,53	0,9518	0,3288	0,3293	1,051	3,041	3,035	0,676	0,676	148	148
Rafinosa (hidratada) . .	+ 104,5	0,4785	0,16545	0,16576	2,090	6,044	6,033	—	—	—	—
» (anhidra). . .	+ 123,1	0,406	0,14039	0,14065	2,463	7,123	7,110	—	—	—	—

(en las mismas condiciones de dilución), la cantidad x de azúcar reductor en 100 cm³ de la solución azucarada empleada, vendrá dada por la fórmula:

$$x = \frac{10\,f}{a}$$

Los datos f relativos al poder reductor de los diversos azúcares se hallan expuestos en la tabla XVIII, que contiene también los datos relativos a las constantes polarimétricas de los mismos azúcares (referidos a 20° C, al uso de tubos de 20 cm y a las concentraciones usuales. V. más atrás, Método óptico).

5. Determinación de los azúcares en presencia unos de otros

1. **Principios fundamentales.**—La determinación de dos o más azúcares presentes en una mezcla se lleva a cabo de ordinario por métodos indirectos, fundados en tres factores diferentes, a saber: el diverso poder rotatorio de los distintos azúcares, el poder reductor de algunos de ellos con respecto al licor de Fehling, y la transformación de unos azúcares en otros, mediante la *inversión*, es decir, por la acción de los ácidos diluídos o de fermentos especiales. Del poder rotatorio y reductor de la mezcla en examen, y si conviene del poder rotatorio y reductor de la misma una vez invertida, se deducen las cantidades de cada uno de los azúcares existentes en la mezcla (1).

Se han descrito ya los métodos para determinar el poder rotatorio y el poder reductor; ahora se expondrá la manera de proceder a la inversión (n. 2), y luego se tratarán (n. 3-8) los diversos casos típicos que pueden presentarse en el análisis de las mezclas de azúcares.

2. **Inversión.**—Los principales azúcares que experimentan la inversión son la sacarosa, la lactosa y la rafinosa. El procedimiento que se ha de seguir para la inversión de la sacarosa es el siguiente;

En un matraz de 100 cm³ se pone la solución de sacarosa a invertir (que contenga la mitad del peso normal de sacarosa en unos 75 cm³ de agua); se agregan 5 cm³ de ácido clorhídrico de peso específico 1,188, se agita, se introduce un termómetro en el líquido, y se coloca el matraz en un baño maría calentado a 70°. Cuando la temperatura de la solución ha subido a 67°-70°, se mantiene a esta temperatura durante 5 minutos exactos, agitando frecuentemente. Como el calentar hasta la temperatura indicada no requiere más de

(1) V. a este respecto: Nasini y Villavecchia, *Relazione sulle analisi e sulle richerce eseguite durante il trienio* 1886-89 *nel Lab. Chim. Centrale delle Gabelle*, Roma, 1890, págs. 218 y siguientes.—*Annali del Lab. chim. centrale delle Gabelle*, vol. V, parte 2.ª (1904) págs. 223 y siguientes.

5 minutos, el tiempo total de permanencia del matraz en el baño no pasará en ningún caso de 10 minutos. Transcurrido el tiempo prescrito, se enfría rápidamente el matracito bajo un chorro de agua, se quita el termómetro lavándolo con un poco de agua destilada, que se hace caer en el mismo matraz, y se neutraliza casi completamente la acidez de la solución con potasa cáustica (1).

Con este procedimiento, la sacarosa se transforma completamente en azúcar invertido; en cambio la lactosa y la maltosa no se alteran, por requerir, para la inversión, ácidos más concentrados o más larga ebullición. La rafinosa se invierte parcialmente transformándose en una mezcla de levulosa y melibiosa, mientras la rotación se reduce aproximadamente a la mitad (exactamente 0,5124) de la misma solución no invertida; sólo por la acción ulterior de los ácidos más concentrados, la melibiosa se desdobla a su vez en glucosa y galactosa.

3. Determinación de la sacarosa y de un azúcar reductor en presencia uno de otro.—Es el caso más sencillo entre cuantos pueden presentarse. Si la mezcla en examen no contiene substancias extrañas a los dos azúcares, bastará determinar la polarización P dada por una solución de p gramos de substancia en 100 cm³; entonces, siendo α_1 y α_2 las desviaciones debidas a la unidad de peso de la sacarosa y del otro azúcar presente, disueltas en 100 cm³, teniendo en cuenta los signos (2), y x e y las cantidades de sacarosa y del otro azúcar, se podrán establecer las ecuaciones:

$$\text{(I)} \qquad \begin{cases} x + y = p \\ \alpha_1 x + \alpha_2 y = P \end{cases}$$

de las cuales resulta:

$$\text{(II)} \qquad x = \frac{P - \alpha_2 p}{\alpha_1 - \alpha_2}; \qquad y = \frac{\alpha_1 p - P}{\alpha_1 - \alpha_2}.$$

Pero si la substancia en examen contiene también substancias no sacarinas, la primera ecuación no es aceptable: entonces, para

(1) El procedimiento antes descrito debe adoptarse para invertir las soluciones de sacarosa de concentración próxima a la indicada; en el caso de soluciones azucaradas más diluídas, se puede también proceder a la inversión agregando, a unos 50 cm³ de la solución a invertir, 5 cm³ de ácido clorhídrico de peso específico 1,10 y calentando por un cuarto de hora en baño maría a 67°-70°. (V. por ejemplo el Cap. Leche y Cap. Vinos, Determinación de los azúcares.)

(2) Al aplicar a los casos prácticos estas fórmulas, como también todas las que siguen, hay que tener siempre en cuenta los signos de las desviaciones unitarias (α) y de las polarizaciones observadas (P); es decir, cuando son negativas, los términos en que entran como factores deberán, en el cálculo numérico, tomarse con signo opuesto al que tienen en la fórmula.

Adviértase también que si se toman para las desviaciones unitarias los valores medios, ya expuestos en la tabla XVIII, no se tiene en cuenta la variación de los mismos con la concentración; y que en los casos en que la temperatura influye notablemente sobre la rotación, se supone que las observaciones polarimétricas se hacen a 20°.

establecer otra en su lugar, se recurre al poder reductor o a la inversión, siguiendo uno de los tres métodos siguientes:

a) Se determina directamente la cantidad del azúcar reductor que acompaña a la sacarosa, por pesada o volumétricamente; luego se resta de la polarización observada, la debida al azúcar reductor hallado y se tiene la polarización dada por la sacarosa presente. En otros términos, de la ecuación

$$\alpha_1 x + \alpha_2 y = P$$

siendo conocido y, resulta:

$$x = \frac{P - \alpha_2 y}{\alpha_1}$$

Procediendo de tal modo, no se tiene, sin embargo, en cuenta la pequeña variación que puede sufrir el poder reductor de los otros azúcares en presencia de la sacarosa (1).

b) Se invierte la sacarosa, del modo ya indicado, y se observa la polarización antes (P) y después de la inversión (P_1) (referida a la concentración primitiva); si entonces α_3 es la desviación dada por la unidad de peso del azúcar invertido en 100 cm³, sabiendo que 1 gr de sacarosa da 1,053 de azúcar invertido, se podrán establecer las ecuaciones

(III)
$$\begin{cases} \alpha_1 x + \alpha_2 y = P \\ 1{,}053\,\alpha_3 x + \alpha_2 y = P_1 \end{cases}$$

de las cuales se obtiene:

$$x = \frac{P - P_1}{\alpha_1 - 1{,}053\,\alpha_3}$$

(IV)
$$y = \frac{\alpha_1 P_1 - 1{,}053\,\alpha_3 P}{\alpha_2 (\alpha_1 - 1{,}053\,\alpha_3)}$$

Introduciendo en estas fórmulas los valores de α_1 y de α_3 para los sacarímetros de escala Ventzke (V. tabla XVIII, pág. 156), o sea $\alpha_1 = 3{,}839$ y $\alpha_3 = -1{,}191$ si se usan recipientes graduados en centímetros cúbicos Mohr, y $\alpha_1 = 3{,}846$ y $\alpha_3 = -1{,}193$ si se usan los centímetros cúbicos verdaderos a 20°, las últimas fórmulas quedan convertidas en las siguientes:

(V)

(cm³ Mohr)	(cm³ verdaderos)
$x = \frac{P - P_1}{5{,}093}$	$x = \frac{P - P_1}{5{,}102}$
$y = \frac{3{,}839\,P_1 + 1{,}254\,P}{5{,}093\,\alpha_2}$	$y = \frac{3{,}846\,P_1 + 1{,}256\,P}{5{,}102\,\alpha_2}$

(1) Tiénese en cuenta esta variación en algún caso especial: así en la determinación de pequeñas cantidades de azúcar invertido en presencia de exceso de sacarosa, siguiendo los métodos de Herzfeld y de Meissl, que se describirán más adelante, en el artículo Azúcares brutos.

El método arriba descrito se sigue también, por ejemplo, en la determinación de los azúcares en la leche condensada, según Girard (V. Cap. Leche).

y como en la fórmula que da el valor de x no figura α_2 dará el mismo resultado, para determinados valores de P y P_1, cualquiera que sea el azúcar (reductor y no invertible) que acompaña a la sacarosa.

Si las observaciones polarimétricas se han hecho a una temperatura t distinta de la de 20°, habría que tener en cuenta la variación del poder rotatorio, sobre todo para el azúcar invertido; en tal caso se emplea, en vez de la primera de las fórmulas (V), la conocidísima de Clerget siguiente (1):

(VI)
$$x = \frac{26{,}048\,(P - P_1)}{142{,}66 - 0{,}5\,t} \quad (\text{cm}^3 \text{ Mohr}) \qquad x = \frac{26\,(P - P_1)}{142{,}66 - 0{,}5\,t} \quad (\text{cm}^3 \text{ verdaderos})$$

que se comprende fácilmente observando que el denominador es la diferencia algébrica entre la rotación dada por el peso normal de sacarosa disuelto en 100 cm³ y la dada por la misma solución después de la inversión:

$$100 - (-42{,}66 + 0{,}5\,t) = 142{,}66 - 0{,}5\,t.$$

Esta fórmula, para $t = 20$, queda convertida en la primera de las fórmulas (V).

Las fórmulas (V) y (VI) dan las cantidades de los dos azúcares en los p gramos de substancia disueltos en 100 cm³. Si se desean los respectivos tantos por ciento, que se indicarán con X e Y, basta establecer las proporciones:

$$p : x = 100 : X$$
$$p : y = 100 : Y$$

de donde:

(VII)
$$X = \frac{100\,x}{p}$$
$$Y = \frac{100\,y}{p}$$

(1) En la fórmula de Clerget no se tiene en cuenta la variación del poder rotatorio del azúcar invertido con la concentración. Si se quisiera tener en cuenta, se podría usar, en vez de la constante 142,66 otra constante $C = 141{,}78 + 0{,}0676\,s$, siendo s la cantidad de sacarosa contenida en el volumen de solución sometido a la inversión. Los valores de C según esta fórmula se hallan en la tabla siguiente (V. Herzfeld, *Zeitschr. des Ver. für die Rübenzuckerind.*, 1890, páginas 203-206; V. también *Zeitschr. des Ver. der Deutschen Zuckerind.*, 1903, I, 555-556):

Gramos de azúcar	Valores de C	Gramos de azúcar	Valores de C
1	141,85	8	142,32
2	141,91	9	142,39
3	141,98	10	142,46
4	142,05	11	142,52
5	142,12	12	142,59
6	142,18	13	142,66
7	142,25		

Es fácil ver que si se adoptó el peso normal de la substancia en examen (es decir si $p = 26{,}048$ o bien $= 26$), la fórmula de Clerget queda convertida en ésta:

(VIII) $$X = \frac{100\,(P - P_1)}{142{,}66 - 0{,}5\,t}$$

En cuanto a la segunda de las fórmulas (V), que da la cantidad y del azúcar reductor que acompaña a la sacarosa, en los distintos casos prácticos, dando a α_2 los valores correspondientes para los sacarímetros de escala Ventzke (tabla XVIII), da los resultados siguientes:

	(cm³ Mohr)	(cm³ verdaderos)
Glucosa	$\frac{3{,}839\ P_1 + 1{,}254\ P}{15{,}523}$	$\frac{3{,}846\ P_1 + 1{,}256\ P}{15{,}576}$
Levulosa	$\frac{-3\,639\ P_1 - 1{,}254\ P}{27{,}655}$	$\frac{-3{,}846\ P_1 - 1{,}256\ P}{27{,}750}$
Azúcar invertido . . .	$\frac{-3{,}839\ P_1 - 1{,}254\ P}{6{,}066}$	$\frac{-3{,}846\ P_1 - 1{,}256\ P}{6{,}087}$
Maltosa	$\frac{3{,}839\ P_1 + 1{,}254\ P}{40{,}484}$	$\frac{3{,}846\ P_1 + 1{,}256\ P}{40{,}653}$
Lactosa	$\frac{3{,}839\ P_1 + 1{,}354\ P}{15{,}457}$	$\frac{3{,}846\ P_1 + 1{,}256\ P}{15{,}515}$

Si se quiere determinar el tanto por ciento del azúcar reductor, se deberá aplicar la segunda de las fórmulas (VII).

Adviértase que a menudo, en los casos prácticos, en vez de uno de los métodos *a* y *b* ahora expuestos, se sigue un procedimiento mixto, determinando el azúcar reductor con el líquido de Fehling y la sacarosa según Clerget (1).

c) Se determina directamente el azúcar reductor que acompaña a la sacarosa, mediante el líquido de Fehling; luego se invierte la sacarosa y se determina nuevamente el poder reductor: de la diferencia se deduce el azúcar invertido procedente de la sacarosa, y de éste, multiplicándolo por 0,95, se obtiene la sacarosa (2).

Este método tiene una causa de error en el caso de que el azúcar reductor que acompaña a la sacarosa requiera más de los dos minutos de ebullición exigidos por el azúcar invertido para la determinación Fehling. En tales casos se deberá prolongar la ebullición

---

(1) Así se procede, por ejemplo, en el análisis de muchos productos que contienen azúcar (V. más adelante en este capítulo), de los licores, en la determinación de la sacarosa y lactosa en las leches condensadas (véase), etc.

(2) Tal procedimiento se aplica a menudo a los productos que contienen azúcar (v. más adelante en este mismo capítulo), a los vinos, etc., para comprobar la sacarosa hallada por vía óptica.

BIBLIOTECA PROVINCIAL · SORIA

por el tiempo máximo requerido, porque esa prolongación no altera notablemente los resultados, mientras que con una ebullición de duración insuficiente la reducción no es completa.

4. Determinación de la sacarosa y de la rafinosa en presencia una de otra.—Los métodos expuestos no sirven para determinar la sacarosa y la rafinosa en presencia una de otra, porque la rafinosa no tiene poder reductor y experimenta también la inversión. En tal caso se deberá determinar la polarización antes (P) y después (P_1) de la inversión; y si α_1 y α_2 son las rotaciones debidas a las unidades de peso de los dos azúcares en 100 cm³, α_3 y α_4 las debidas a las unidades de peso de los respectivos productos de inversión, sabiendo que 1 gr de rafinosa da, en las condiciones de inversión ya indicadas, 1,036 del producto de inversión, se podrán establecer las ecuaciones:

$$\text{(IX)} \qquad \begin{cases} \alpha_1 x + \alpha_2 y = P \\ 1{,}053\,\alpha_3 x + 1{,}036\,\alpha_4 y = P_1 \end{cases}$$

Las cuales, introduciendo los valores de α_1, α_2 (para la rafinosa anhidra) y α_3 para los sacarímetros de escala Ventzke (Tabla XVIII), y poniendo $1{,}036\,\alpha_4 = 0{,}5124\,\alpha_2$ (V. pág. 158) se convierten en:

(cm³ Mohr)	(cm³ verdaderos)
$\begin{cases} 3{,}839\,x + 7{,}11\,y = P \\ -1{,}254\,x + 3{,}643\,y = P_1 \end{cases}$	$\begin{cases} 3{,}846\,x + 7{,}123\,y = P \\ -1{,}256\,x + 3{,}650\,y = P_1 \end{cases}$

de donde se obtiene:

$x = \dfrac{0{,}5124\,P - P_1}{3{,}221}$	$x = \dfrac{0{,}5124\,P - P_1}{3{,}227}$
$y = \dfrac{P - 3{,}839\,x}{7{,}11} = \dfrac{1{,}254\,P + 3{,}839\,P_1}{22{,}9}$	$y = \dfrac{P - 3{,}846\,x}{7{,}123} = \dfrac{1{,}256\,P + 3{,}846\,P_1}{23}$

Si las soluciones empleadas contenían el peso normal de la substancia en examen en 100 cm³, los tantos por ciento de sacarosa (X) y rafinosa (Y) en la substancia se obtendrán dividiendo x e y por 0,26048 ó por 0,26, y vendrán expresados por las fórmulas:

$$X = \frac{0{,}5124\,P - P_1}{0{,}839}$$

$$Y = \frac{P - X}{1{,}852}$$

igualmente válidas para los centímetros cúbicos Mohr que para los centímetros cúbicos verdaderos. La segunda, introduciendo el valor de x, se transforma así:

$$Y = \frac{1{,}254\,P + 3{,}839\,P_1}{5{,}965} \quad (\text{cm}^3\ \text{Mohr}) \qquad Y = \frac{1{,}256\,P + 3{,}846\,P_1}{5{,}976} \quad (\text{cm}^3\ \text{verdaderos})$$

5. **Determinación de dos azúcares reductores en presencia uno de otro.**—Si la mezcla en examen no contiene substancias extrañas a los dos azúcares, y si éstos no tienen poder rotatorio casi igual, basta determinar la polarización y aplicar las dos ecuaciones (I) y las fórmulas (II) ya dadas para el caso de las mezclas de sacarosa con otro azúcar, advirtiendo que α_1 y α_2 indicarán las desviaciones debidas a la unidad de peso de cada uno de los dos azúcares reductores, disuelta en 100 cm³, y x e y las respectivas cantidades.

En cambio si la substancia en examen contiene también substancias no sacarinas, la polarización no es suficiente y hay que determinar también el poder reductor de la substancia. Si se representan con β_1 y β_2 los números de centímetros cúbicos de líquido Fehling que han sido reducidos por la unidad de peso de cada uno de los dos azúcares disuelta en 100 cm³ (deducidos de la tabla XVIII), y con F el número de centímetros cúbicos de líquido de Fehling que han sido reducidos por el peso p de substancia empleado para el análisis (1), se podrán establecer las dos ecuaciones:

$$(X) \qquad \begin{cases} \alpha_1 x + \alpha_2 y = P \\ \beta_1 x + \beta_2 y = F \end{cases}$$

de las cuales se obtienen las fórmulas:

$$(XI) \qquad x = \frac{\beta_2 P - \alpha_2 F}{\alpha_1 \beta_2 - \alpha_2 \beta_1}$$

$$y = \frac{\alpha_1 F - \beta_1 P}{\alpha_1 \beta_2 - \alpha_2 \beta_1}.$$

Pero siguiendo este procedimiento, se admite que el volumen de licor de Fehling reducido por cada azúcar es proporcional a la cantidad de éste, lo cual no es rigurosamente exacto más que entre límites muy restringidos; y se olvidan las causas de error provenientes de la influencia de un azúcar sobre el poder reductor del otro, y de la duración de ebullición requerida por el método de Fehling, que como se dijo, no es la misma para todos los azúcares.

Las fórmulas XI, en los principales casos prácticos, introdu-

---

(1) Si a cm³ de la solución azucarada (de p gramos en 100 cm³) diluída n veces, reducen 10 cm³ de licor de Fehling (diluído con 4 volúmenes de agua), F viene dado por la expresión:

$$F = \frac{1000\,n}{a}.$$

ciendo los valores de α_1 y α_2 para los sacarímetros de escala Ventzke y los de β_1 y β_2, dan los siguientes resultados:

	(cm³ Mohr)	(cm³ verdaderos)
Glucosa (x) y levulosa (y)	$x = \frac{186\,P + 5{,}430\,F}{1665}$ $y = \frac{3{,}048\,F - 202{,}2\,P}{1665}$	$\frac{186\,P + 5{,}439\,F}{1668}$ $\frac{3{,}053\,F - 202{,}2\,P}{1668}$
Azúcar invertido (x) y glucosa (y)	$x = \frac{3{,}048\,F - 202{,}2\,P}{832}$ $y = \frac{194\,P + 1{,}191\,F}{832}$	$\frac{3{,}053\,F - 202{,}2\,P}{833}$ $\frac{194\,P + 1{,}193\,F}{833}$
Azúcar invertido (x) y levulosa (y)	$x = \frac{186\,P + 5{,}430\,F}{832}$ $y = \frac{-194\,P - 1{,}991\,F}{832}$	$\frac{186\,P + 5{,}439\,F}{833}$ $\frac{-194\,P - 1{,}193\,F}{833}$
Glucosa (x) y maltosa (y)	$x = \frac{7{,}949\,F - 135\,F}{1196}$ $y = \frac{202{,}2\,P - 3{,}048\,F}{1196}$	$\frac{7{,}968\,F - 135\,P}{1199}$ $\frac{202{,}2\,P - 3{,}053\,F}{1199}$
Azúcar invertido (x) y maltosa (y)	$x = \frac{7{,}949\,F - 135\,P}{1703}$ $y = \frac{1{,}191\,F + 194\,P}{1703}$	$\frac{7{,}968\,F - 135\,P}{1707}$ $\frac{1{,}193\,F + 194\,P}{1707}$
Glucosa (x) y lactosa (y).	$x = \frac{3{,}035\,F - 148\,P}{162{,}6}$ $y = \frac{202{,}2\,P - 3{,}048\,F}{162{,}6}$	$\frac{3{,}041\,F - 148\,P}{163}$ $\frac{202{,}2\,P - 3{,}053\,F}{163}$
Azúcar invertido (x) y lactosa (y)	$x = \frac{3{,}035\,F - 148\,P}{765}$ $y = \frac{1{,}191\,F + 194\,P}{765}$	$\frac{3{,}041\,F - 148\,P}{766{,}5}$ $\frac{1{,}193\,F + 194\,P}{766{,}5}$

Obsérvese que los casos (2.° y 3.°) de mezclas de azúcar invertido con un exceso de glucosa o de levulosa, se pueden reducir al caso (1.°) de una mezcla de glucosa y levulosa (1).

6. Determinación de la sacarosa y de dos azúcares reductores en presencia unos de otros.—Representando por x, y, z las cantidades de los tres azúcares contenidos en el peso p de substancia disuelto en 100 cm³, y siendo α_1, α_2, α_3 las rotaciones debidas a 1 gr de cada azúcar en 100 cm³, α_4 la debida a 1 gr de azúcar invertido; β_2 y β_3 los centímetros cúbicos de licor de Fehling reducidos por 1 gr de cada uno de los azúcares reductores presentes, y por P y P_1 las polarizaciones antes y después de la inversión, por F el número de centímetros

(1) Un método de este género se aplica en la determinación de los azúcares en los vinos (V. Cap. Vinos).

cúbicos de licor de Fehling reducidos por el peso p de substancia, se podrán en seguida establecer, análogamente a los casos ya considerados, las ecuaciones:

$$\text{(XII)} \qquad \begin{cases} \alpha_1 x + \alpha_2 y + \alpha_3 z = P \\ 1{,}053\,\alpha_4 x + \alpha_2 y + \alpha_3 z = P_1 \\ \beta_2 y + \beta_3 z = F \end{cases}$$

De las dos primeras se deduce:

$$x = \frac{P - P_1}{\alpha_1 - 1{,}053\,\alpha_4}$$

que es idéntica a la primera de las fórmulas IV; por tanto la sacarosa se calcula como en el caso de sus mezclas con un solo azúcar reductor, y en consecuencia se tendrá con la primera de las fórmulas V, o bien con la de Clerget (VI o VIII). Hallado x, de las ecuaciones XII se deducen las siguientes:

$$\begin{cases} \alpha_2 y + \alpha_3 z = P - \alpha_1 x \\ \beta_2 y + \beta_3 z = F \end{cases}$$

del todo análogas a las X y que permiten obtener y y z.

Introduciendo en estas ecuaciones los valores de α_1, α_2, α_3, β_2, β_3 y x, para algunos casos prácticos importantes, se tienen, para los azúcares reductores que acompañan a la sacarosa, los siguientes resultados (1):

	(cm³ Mohr)	(cm³ verdaderos)
Glucosa (y) y levulosa (z) . .	$y = \dfrac{233\,P + 714\,P_1 + 27{,}65\,F}{8479}$	$\dfrac{233{,}6\,P + 715\,P_1 + 27{,}7\,F}{8508}$
	$z = \dfrac{15{,}52\,F - 253{,}6\,P - 776\,P_1}{8479}$	$\dfrac{15{,}58\,F - 254\,P - 778\,P_1}{8508}$
Glucosa (y) y lactosa (z). . .	$y = \dfrac{15{,}46\,F - 185{,}6\,P - 568\,P_1}{828}$	$\dfrac{15{,}52\,F - 186\,P - 569\,P_1}{831{,}6}$
	$z = \dfrac{253{,}6\,P + 776\,P_1 - 15{,}52\,F}{828}$	$\dfrac{254\,P + 778\,P_1 - 15{,}58\,F}{831{,}6}$
Azúcar invertido (y) y lactosa (z).	$y = \dfrac{15{,}46\,F - 185{,}6\,P - 568\,P_1}{3896}$	$\dfrac{15{,}52\,F - 186\,P - 569\,P_1}{3911}$
	$z = \dfrac{6{,}066\,F + 243{,}3\,P + 745\,P_1}{3896}$	$\dfrac{6{,}087\,F + 243{,}7\,P + 746\,P_1}{3911}$

7. Determinación de la sacarosa, rafinosa y un azúcar reductor, en presencia unos de otros. — Empleando las mismas notaciones que en el número precedente, y llamando además α_5 la rotación debida a

(1) Un procedimiento de este género, con leves variantes, se aplica al análisis de los vinos que contienen sacarosa, y de las leches condensadas que además de sacarosa contienen azúcar invertido (V. los respectivos capítulos).

1 gr del producto de inversión de la rafinosa, se tendrán las tres ecuaciones siguientes:

$$\text{(XIII)} \qquad \begin{cases} \alpha_1 x + \alpha_2 y + \alpha_3 z = P \\ 1{,}053\ \alpha_4 x + 1{,}036\ \alpha_5 y + \alpha_3 z = P_1 \\ \beta_3 z = F \end{cases}$$

de las cuales la tercera da en seguida z; y entonces las dos primeras resultan análogas a las IX:

$$\begin{cases} \alpha_1 x + \alpha_2 y = P - \alpha_3 z \\ 1{,}053\ \alpha_4 x + 1{,}036\ \alpha_5 y = P_1 - \alpha_3 z. \end{cases}$$

En el caso práctico de una mezcla de sacarosa (x), rafinosa (y) y azúcar invertido (z), introduciendo los respectivos valores de las constantes (V. n. 4), las mismas ecuaciones dan los siguientes resultados:

(cm³ Mohr)	(cm³ verdaderos)
$x = \dfrac{0{,}5124\ P - P_1 - 0{,}003\ F}{3{,}221}$	$\dfrac{0{,}5124\ P - P_1 - 0{,}003\ F}{3.227}$
$y = \dfrac{1{,}254\ P + 3{,}839\ P_1 + 0{,}031\ F}{22{,}9}$	$\dfrac{1{,}256\ P + 3.846\ P_1 + 0{,}031\ F}{23}$

$$z = \frac{F}{194}.$$

8. Determinación de tres azúcares reductores en presencia unos de otros. — Este caso, que por lo demás casi nunca se presenta en la práctica, se puede resolver solamente si no existen otras substancias además de los tres azúcares; entonces se podrán establecer las ecuaciones siguientes:

$$\text{(XIV)} \qquad \begin{cases} x + y + z = p \\ \alpha_1 x + \alpha_2 y + \alpha_3 z = P \\ \beta_1 x + \beta_2 y + \beta_3 z = F \end{cases}$$

que permitirán obtener x, y y z, no teniendo en cuenta las múltiples causas de error, como las procedentes de la influencia de cada uno de los azúcares sobre el poder reductor de los otros, del diverso tiempo de ebullición requerido por las determinaciones Fehling, de la influencia de la concentración sobre los poderes rotatorios y reductores.

PARTE ESPECIAL

Materias primeras y productos de la industria del azúcar

Como es sabido, la primera materia para la industria azucarera indígena (1) está constituída por las *Remolachas*. De éstas se extrae, mediante procesos fundados generalmente en fenómenos osmóticos, el *Jugo bruto* llamado *de difusión*, y los retazos de remolacha privados de azúcar constituyen la *Remolacha agotada*. El zumo bruto se somete a una primera purificación, precipitando de él muchas materias extrañas, y así se obtienen los *Zumos defecados*, de cuya evaporación resultan los *Zumos densos* y luego, por ulterior evaporación a presión reducida (cocción), las *Masas cocidas*, en las cuales está cristalizada una porción del azúcar, mientras el resto se mantiene disuelto en estado de *Jarabe*. El producto cristalizado es el *Azúcar bruto*, que se somete luego a la refinación para obtener el *Azúcar refinado*. Los jarabes se someten a ulteriores tratamientos para obtener más azúcar, hasta que resultan unos jarabes tan ricos en substancias no sacarinas que el azúcar deja de poder separarse de ellos por simple cristalización, y constituyen en tal caso las *Melazas*. Otros residuos de la fabricación, además de las Remolachas agotadas y las Melazas, son las *Aguas residuarias de los difusores*, las *Aguas de loción de los filtrosprensas* y los *Barros* provenientes de la defecación del jugo.

Cualquiera que sea el producto que se deba analizar, es necesario tener una muestra tomada de modo que represente la composición de la masa entera. De aquí que convenga seguir, para formar la muestra, normas determinadas, que se exponen sucintamente antes de tratar de los métodos analíticos que han de seguirse para cada producto en particular.

Toma de las muestras.—Las muestras de remolacha pueden tomarse, según los casos y las condiciones de los contratos, en el campo, o en los carros o vagones, o en la fábrica. En todos los casos habrá que elegir, para formar la muestra destinada al análisis, cierto número de remolachas, p. ej. 25, que representen a ser posible, así en la forma como en el tamaño y el aspecto, las propiedades medias del lote entero. Algunos aconsejan tomar, de cada lote de remolachas (carro, montón o campo), un buen número de raíces, sacándolas

(1) El análisis de los azúcares de caña, brutos o refinados, se hace como el de los azúcares brutos y refinados de remolacha.

de diversos puntos uniformemente distribuídos en la masa, disponerlas por orden creciente de tamaño, y tomar luego 10-20 a intervalos iguales; por ejemplo de 3 en 3, de 4 en 4, etc.

Al tomar la muestra de los zumos brutos hay que tener presente que el zumo contenido en los difusores no tiene composición uniforme, y de aquí que antes de tomar la muestra convenga mezclar bien toda la masa, o bien, de no ser esto posible, tomar porciones proporcionales de sus diversas partes y mezclarlas, o aun tomar diversas muestras de las diversas partes indicando en cada muestra la cantidad que representa. Las mismas normas se seguirán al tomar las muestras de los zumos defecados; y unas y otras se pondrán en frascos bien cerrados.

El análisis de los zumos debe hacerse de ordinario inmediatamente; cuando no sea posible, hay que agregar a la muestra para impedir su alteración, una substancia conservatriz. De ordinario se usa con tal objeto el acetato básico de plomo, en proporción de $^1/_{10}$, corrigiendo luego oportunamente los resultados de la determinación del azúcar (que es la única que puede verificarse en tales casos); algunos aconsejan en cambio la adición de 1 gr por litro de cloruro mercúrico, o de fluoruro amónico, o de timol, que no tienen influencia sensible sobre el peso específico ni sobre el resultado de la determinación del azúcar; otros agregan algunas gotas de formalina; por fin se ha propuesto la esterilización de los zumos, que puede hacerse teniéndolos por una hora en recipiente cerrado en el agua hirviente. Pero cuando se trata de zumos de remolachas alteradas, estos medios no bastan para la conservación y es necesario proceder al análisis inmediatamente después de la toma de la muestra.

Para los productos líquidos muy viscosos o semisólidos, como los jarabes, las melazas y las masas cocidas, la toma de la muestra se hará mediante una sonda cilíndrica de metal, tomando partes proporcionales a diversas profundidades de la masa. Sobre todo no deberá olvidarse el llegar con la sonda a la región más profunda de los recipientes, tratándose de productos muy densos que pueden tener en el fondo azúcar cristalizado. Practicados diversos sondeos, se mezcla bien lo obtenido con ellos en un recipiente, y se toman de él la muestra o muestras (de unos 200 gr cada una), guardándolas en frascos de vidrio de tapón esmerilado.

Para tomar muestras de azúcar bruto, si el azúcar está en sacos, se tomarán muestras al menos de 10 sacos por cada 100, mediante una sonda semicilíndrica de latón o de palastro, de unos 80 cm de longitud y 2 cm de diámetro, terminada en punta por un extremo. Esa sonda se introducirá en la masa del azúcar de modo que penetre un poco por debajo de la mitad de la misma masa; y se extraerá luego haciéndola girar de manera que se lleve cierta porción de azúcar. En cambio si el azúcar se tiene formando montones regu-

lares, se deberán practicar sondeos tanto en el centro como en la periferia de cada montón y a diversas profundidades, de modo que el azúcar tomado representa la calidad media del montón.

Las diversas cantidades tomadas con los sondeos de una misma partida de azúcar se irán depositando separadamente unas de otras, sobre una mesa bien limpia y seca, o mejor, si se trabaja en un local muy caliente, se guardarán en seguida en diversos recipientes, para evitar que pierdan humedad.

Apenas terminadas las tomas de muestras, se observará en primer lugar si todas ellas se presentan uniformes por los caracteres externos, como color, grano, y demás; en tal caso se mezclarán íntimamente sobre una mesa de madera, con una espátula también de madera bien limpia y seca, desmenuzando los grumos (1), hasta obtener una masa homogénea, en cantidad, por lo menos de 1 Kg, del cual se tomará, por fin, la muestra o muestras para el análisis. Estas muestras serán de unos 200 gr cada una y se conservarán en recipientes de hojalata bien cerrados, o bien en bocales de tapón esmerilado, y de capacidad tal que queden llenos de la muestra. En cambio si las diversas muestras tomadas de los sacos o montones de una misma partida no se presentan uniformes, se tomarán, de las diversas variedades de azúcar encontradas, muestras distintas, siguiendo las mismas normas expuestas, y teniendo en cuenta la porción del conjunto representada por cada una de las muestras.

REMOLACHAS

El análisis de las remolachas debe ser practicado en cuanto llega la muestra al laboratorio, porque las remolachas están expuestas a alterarse. Para preparar la muestra para el análisis son necesarias algunas operaciones preliminares. Ante todo se pesan todas las remolachas que constituyen la muestra, para calcular el *Peso medio de las remolachas en bruto*. Luego se limpian cuidadosamente, quitando las partículas térreas mediante una brocha y si es necesario con un cuidadoso lavado con agua fría (lavado que hay que evitar para las remolachas que presentan grietas o cortaduras); sécanse luego bien, córtase el cuello, y se pesan otra vez, para calcular el *Peso medio de las remolachas después de la limpia y degüello.*

Pártense luego las remolachas por mitad o en cuartos cortándolas en sentido longitudinal; y se tritura la mitad o la cuarta parte de cada una para reducirla a papilla (*Pulpa*) mediante un rascador, o mejor sirviéndose de especiales máquinas: pulpas muy finas de

(1) Hay quien separa los grumos, y una vez pesados para evaluar su tanto por ciento respecto al total, los analiza aparte, corrigiendo luego, con los datos obtenidos, los resultados del análisis de los azúcares de que tales grumos provienen.

remolachas ya groseramente desmenuzadas, pueden obtenerse mediante prensas como la «Sans pareille» de Pellet.

Pueden tenerse que analizar remolachas ya reducidas a *tiras*, de las cuales se obtiene la pulpa mediante una trituradora o con máquinas especiales, o bien con la citada prensa de Pellet.

Sobre la pulpa obtenida por la trituración de la muestra se procede a las determinaciones que se indicarán; cuando conviene un análisis más detallado, una parte de la pulpa en cuestión se exprime mediante una prensa especial, y se analiza el *Zumo* obtenido mediante los métodos que se describirán en el artículo siguiente para el análisis de los jugos de difusión. Así la pulpa como el zumo se deben analizar en seguida por estar muy expuestos a alterarse; la pulpa debe tenerse bien cerrada para evitar la desecación.

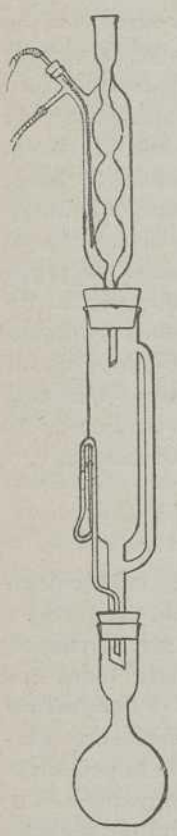


Fig. 49.

Las determinaciones que ordinariamente se llevan a cabo sobre la pulpa de las remolachas son las del azúcar (sacarosa), de la cantidad de zumo y del agua.

1. Extracción y determinación del azúcar. — Entre los diversos procedimientos recomendados para extraer el azúcar de la papilla obtenida por los métodos antes indicados, los más importantes son los siguientes:

a) MÉTODO DE EXTRACCIÓN ALCOHÓLICA.—Este método se considera como el más exacto y se suele seguir en las investigaciones científicas. El aparato que se emplea está formado por un matraz de 100 cm^3, con el cuello dilatado por encima de la señal, que lleva superpuesto un extractor de Soxhlet, al que se adapta un refrigerante de bolas vertical (fig. 49). El extractor Soxhlet debe ser de tales dimensiones que un peso de pulpa igual al peso normal de los sacarímetros, es decir 26,048 gr (usando centímetros cúbicos Mohr), no sobrepase el nivel de la curvatura superior del sifón. Pésase dicha cantidad de pulpa en una cápsula tarada, y se agregan en la misma cápsula 3 cm^3 de solución de acetato básico de plomo (1) y 4 ó 5 cm^3 de alcohol; se mezcla con una varilla de vidrio, se pone todo en uno de los saquitos o dedales especiales de papel de filtro, adaptado al extractor, lavando la varilla y la

(1) Esta solución se prepara haciendo digerir en caliente 300 gr de acetato neutro de plomo y 100 gr de litargirio con 1 litro de agua; al cabo de 12 horas se filtra y se conserva en botellas bien cerradas. Puédese también hacer digerir en frío, agitando de vez en cuando; pero así la operación dura algunos días.

cápsula con alcohol de 90° que también se vierte en el extractor. Según algunos es recomendable, para facilitar la extracción, calentar la pulpa, ya adicionada de acetato básico de plomo, con un poco de alcohol por algunos minutos, y después introducirlo todo en el extractor.

En el matracito inferior se pone también alcohol de 90°, cuya cantidad total empleada debe ser de unos 75 cm^3; enlázanse entre sí las diversas partes del aparato y se calienta al baño maría hasta ebullición del alcohol. Conocido es el funcionamiento de los extractores de Soxhlet. Si el funcionamiento es regular, las descargas del sifón se suceden a intervalos de pocos minutos, y de ordinario al cabo de unas dos horas se puede admitir que todo el azúcar ha sido extraído, y esto se puede, además, comprobar extrayendo el residuo con nuevo alcohol y ensayando la solución al sacarímetro, o también por la reacción siguiente: 1 ó 2 gotas del último alcohol que todavía gotea del aparato de extracción se mezclan en un tubo de ensayo con 2 cm^3 de agua destilada y con 5 gotas de una solución alcohólica al 20 por 100 de α-naftol recién preparada; luego, teniendo el tubo inclinado se vierten con cuidado 10 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado (que no debe contener vestigio alguno de ácido nítrico) de modo que los dos líquidos no se mezclen. En presencia de azúcar, en la superficie de separación de los dos líquidos, se forma un anillo de color violeta.

La solución alcohólica obtenida por extracción se enfría en el mismo matracito, se diluye hasta 100 cm^3 con alcohol, se filtra por filtro seco y se polariza.

b) Métodos de digestión acuosa. — En la práctica industrial se suele operar con los métodos de digestión acuosa, en frío o en caliente; advirtiendo que si se procede en frío, es preciso partir de una pulpa finísima, como la que se obtiene con la prensa de Pellet u otras análogas, mientras que para la digestión en caliente basta una pulpa más gruesa. En uno y otro caso pueden seguirse diversos procedimientos, y principalmente los de Pellet y de Sachs-Le Docte. Son métodos bastante exactos, y rápidos, especialmente los en frío, cuando se debe proceder a numerosos análisis.

1. *Método de Pellet.*—Para proceder a la digestión en caliente, se introduce en un matraz de 200 cm^3 el peso normal de pulpa (26,048 gr para las graduaciones Mohr), lavando bien la cápsula con agua caliente; se agregan luego 5 cm^3 de acetato básico de plomo y agua caliente hasta casi señal; agítase, introdúcese el matraz en un baño de agua hirviente, dejándolo en él por media hora. Después se enfría a la temperatura normal (17°,5 para las graduaciones Mohr), se llena hasta enrase con agua una vez eliminada la espuma con algunas gotas de éter, y se agregan, por arriba del enrase de 200 cm^3, 0,6 cm^3 de agua para compensar el volumen ocupado por

las substancias insolubles y por el precipitado producido por el acetato de plomo; agítase bien, fíltrase por filtro seco (cubriendo el embudo para evitar la evaporación), y se polariza. Si se emplea un tubo de 20 cm el resultado se ha de multiplicar por 2 para obtener el tanto por ciento de sacarosa.

Para operar en frío según el mismo método, se procede de modo análogo, pero empleando agua fría; después de lleno el matraz hasta sus dos tercios, se agita enérgicamente, se elimina la espuma con algunas gotas de éter, se completa el volumen, se añaden los 0,6 cm^3 de agua, se agita otra vez, se filtra y se polariza. Usando una pulpa finísima no es necesario abandonar el líquido largo tiempo antes de filtrar.

2. *Método Sachs - Le Docte.*—Empléase un recipiente especial, cilíndrico, metálico, provisto de tapa de cierre hermético; se han propuesto diversos tipos, y pueden también servir a tal fin las comunes cajas de conservas con tapa de presión, de unos 12 cm de altura y 7 cm de diámetro. Para la digestión en caliente, el cierre debe ser particularmente perfecto, de modo que durante el caldeo no se pierda vapor acuoso. Pésase directamente en el mismo recipiente el peso normal de pulpa; agréganse mediante una pipeta especial automática 177 cm^3 de agua con acetato básico de plomo (ordinariamente bastan 5 cm^3 en el volumen señalado), admitiéndose que el peso normal de pulpa contenga por término medio 23 cm^3 de zumo y que se tengan así 200 cm^3 de líquido azucarado; y se cierra el recipiente.

Luego, para llevar a cabo la digestión en caliente, se agita, se sumerge el recipiente en un baño de agua a unos 80°, dejándolo por media hora, se enfría, se agita otra vez, se abre, se filtra por filtro seco y se polariza. En cambio para la digestión en frío se agita enérgicamente sin calentar, se filtra y se polariza. En ambos casos hay que cubrir el recipiente y el embudo con discos de vidrio, durante la filtración, para evitar la evaporación. El resultado de la lectura se multiplica por 2, si se usaron tubos de 20 cm, para tener el tanto por ciento de sacarosa.

Para determinar la sacarosa en las *pulpas secas* no agotadas, como las obtenidas en el procedimiento de Steffen, se puede seguir también un método de digestión acuosa análogo al de Sachs-Le Docte, procediendo así (1): Pésanse en el recipiente metálico 13,024 gr de pulpa seca previamente molida, se agregan 200 cm^3 de agua con acetato básico de plomo (185 cm^3 de agua y 15 cm^3 de acetato básico), se cierra, se agita enérgicamente, se deja en reposo por 30 minutos, se filtra y se polariza en tubo de 40 cm. El tanto por ciento de sacarosa viene dado por la fórmula:

$$S = \frac{P}{200}\left(200 + \frac{13\,a}{100} + \frac{13\,P}{160}\right)$$

(1) Carboni: *Boll. Assoc. It. ind. zucchero e alcool*, 1913-14, tomo VI, pág. 109.

siendo P el doble de la polarización leída, y a el tanto por ciento de agua de la pulpa.

2. Determinación de la cantidad de zumo y de materias insolubles.—En un vaso grande de precipitados se hacen digerir 20 gr de pulpa, triturada finísimamente, con unos 400 cm^3 de agua fría, por media hora, agitando de vez en cuando; después se filtra con aspiración en un filtro de amianto tarado, o bien a través de un filtro de papel precedentemente secado a 100-110° hasta peso constante. Luego se lava repetidamente el residuo insoluble por decantación con agua fría en el mismo vaso, se pasa por último completamente al filtro mediante un delgado chorro de agua, se lava con agua caliente, y por último dos o tres veces con alcohol de 90° y por fin con éter, y se deseca primero a suave calor y por fin a 100-110° hasta peso constante. El peso del residuo insoluble, multiplicado por 5, da el residuo por ciento; y éste, restado de 100, da el tanto por ciento de zumo.

Para determinaciones muy exactas es necesario restar del peso de la parte insoluble el de las materias minerales (arena, etc.) para tener el peso de la substancia celular pura. A tal fin la filtración debe efectuarse a través de un filtro de papel, precedentemente desecado y tarado; una vez pesado el residuo insoluble, se incinera y se pesan las cenizas, cuyo peso, rebajado en el de las cenizas del filtro, se resta del residuo.

3. Determinación del agua.—El agua contenida en la pulpa se determina desecando 10 gr de pulpa en una cápsula de porcelana plana, tarada junto con una varilla de vidrio, primero por dos horas a 50°-60°, removiendo con la varilla de vez en cuando, luego a 110° hasta peso constante. La diminución de peso corresponde al agua.

En algunos casos las pulpas, sobre todo si son muy finas, se aglomeran durante la desecación y pierden con dificultad su agua; entonces para desecarlas completamente es conveniente mezclarlas con una cantidad conocida de arena silícea previamente calcinada, procediendo del modo que se indicará más adelante para los zumos.

***

Las remolachas contienen por término medio de 4 a 5 por 100 de substancia insoluble; en cuanto a su riqueza en azúcar, se puede admitir en general que su aprovechamiento no es verdaderamente ventajoso, si su contenido medio en azúcar no oscila por lo menos entre 12 y 14 por 100; con frecuencia sube a 15-16 por 100 y puede llegar a 20 por 100. Pero debe observarse que además del contenido en azúcar de las remolachas, se debe atender al cociente de pureza de los zumos (V. más adelante). Cuanto más elevado sea este cociente, tanto más conveniente será el aprovechamiento de las remolachas.

ZUMOS DE DIFUSIÓN

Las determinaciones indispensables para el análisis de los zumos de difusión (1) son las del peso específico, del azúcar, del agua y de las sales; de los resultados de estas determinaciones se deducen el no-azúcar y el cociente de pureza. En algunos casos se determinan también el azúcar invertido y la acidez.

1. **Determinación del peso específico.**—Se determina por los métodos ya descritos (V. Métodos generales, n. 1). Del peso específico hallado se deducen los grados Brix, que expresan el tanto por ciento en peso de materia sólida en el zumo, calculada como si toda estuviera formada de sacarosa. Haciendo uso de los sacarómetros se obtienen directamente los grados Brix.

A menudo se puede, con suficiente exactitud, acoplar la determinación del peso específico con la subsiguiente del azúcar, pesando el matraz vacío y después lleno de zumo hasta la señal de 50 o de 100 cm^3, y dividiendo el peso del zumo por el volumen.

2. **Determinación del azúcar.**—La determinación del azúcar en el zumo se lleva a cabo por polarización. Pero siendo incómodo pesar directamente el peso normal del zumo, se prefiere ordinariamente el procedimiento siguiente: Empléanse matracitos medidos, que llevan, además de la señal principal, otra señal que representa un décimo más del volumen; por ejemplo, se emplean matraces de 50-55 cm^3, de 100-110, de 200-220.

Llénase el matracito con el zumo (a 17°,5 si se usan las graduaciones Mohr) exactamente hasta la primera señal, se agrega la cantidad de acetato básico de plomo necesaria para la clarificación, y se completa el volumen hasta la segunda señal con agua. Agítase, déjase en reposo por 10-15 minutos, fíltrase a través de un filtro seco, y se polariza. El resultado de la polarización, aumentado en $\frac{1}{10}$ y multiplicado por 0,26048 da el peso de azúcar en 100 cm^3 de zumo, que dividido por el peso específico da el tanto por ciento en peso, según la fórmula:

$$x = \frac{\left(P + \frac{P}{10}\right) + 0{,}26048}{s}$$

siendo x el tanto por ciento de azúcar en peso, P la polarización observada y s el peso específico del jugo (2).

---

(1) Antes de proceder al análisis del zumo, si éste ha sido recién obtenido, es conveniente privarlo del aire que contiene, colocándolo en un recipiente cerrado, del que se aspira el aire mediante una trompa de agua, hasta que dejen de desprenderse burbujas de la masa líquida, lo cual requiere pocos minutos.

(2) Puede abreviarse el cálculo haciendo uso de la tabla de Schmitz, que se halla expuesta en los tratados especiales.

3. Determinación del azúcar invertido.—La cantidad de azúcar invertido contenida en el zumo de remolacha es en general muy pequeña, hasta el punto de no llegar a influir sensiblemente en el resultado de la determinación de la sacarosa por polarización.

Cuando conviene determinarlo, se procede así: Neutralízanse exactamente 250 cm^3 de zumo con solución de sosa, y se evaporan al baño maría hasta un volumen de 50 ó 60 cm^3. Pásanse luego a un matraz de 100 cm^3, lavando bien la cápsula con agua, clarifícase con un poco de acetato de plomo, se llena hasta enrase, se deja posar y se filtra. A 80 cm^3 del filtrado, vertidos en otro matraz de 100 cm^3, se añade gota a gota una solución de sulfato o fosfato sódico hasta precipitación completa del exceso de plomo; llénase hasta enrase, fíltrase y empléanse 50 cm^3 del filtrado (correspondientes a 100 cm^3 del zumo) para la determinación del azúcar invertido. Esta se puede hacer por el método de Herzfeld que se describirá más adelante (V. Azúcares brutos), pero teniendo en cuenta en el cálculo la cantidad de zumo empleada, y refiriendo los resultados a 100 gr de zumo.

Más rápidamente, y en la mayor parte de los casos con suficiente aproximación, se puede determinar el azúcar invertido por el método volumétrico, ya descrito en Métodos generales; pero de tal modo no se tiene en cuenta la influencia que ejerce sobre el poder reductor la presencia de un gran exceso de sacarosa.

4. Determinación del agua y de la substancia seca.—Esta determinación puede hacerse directamente por desecación, o bien por vía indirecta.

a) *Determinación directa.*—En una cápsula plana de porcelana de 8-9 cm de diámetro, tarada junto con una varilla de vidrio de unos 7 cm de longitud y con unos 50 gr de arena silícea gruesa, lavada y calcinada (1), se vierten 10 ó 12 cm^3 de jugo, se pesa nuevamente y se evapora al baño maría, mezclando frecuentemente. Se completa luego la desecación en estufa, primero por dos horas a unos 70°, después a 105°-110° hasta peso constante. El peso del residuo representa la substancia seca, y la pérdida de peso representa el agua; con una simple proporción se calcula el tanto por ciento.

b) *Determinación indirecta.*—Puede obtenerse con grosera aproximación el tanto por ciento de agua, tomando como tanto por ciento de substancia seca el grado Brix del zumo (V. atrás, n. 1) y restándolo de 100; es decir, admitiendo que las demás substancias en él contenidas tengan sobre el peso específico una influencia análoga a la de la sacarosa.

Mayor aproximación da el método refractométrico. A tal fin, determinado el índice de refracción del zumo a 20°, se deduce

(1) Puede emplearse cuarzo molido, cuyos gránulos sean de tamaño tal que pasen por un tamiz de mallas de 2 mm y no por uno de mallas de 1,5 mm.

mediante la Tabla XII el tanto por ciento de azúcar, que se considera como substancia seca, admitiendo que las demás substancias disueltas tengan sobre el índice de refracción una influencia análoga a la de la sacarosa; la diferencia hasta 100 expresa entonces el tanto por 100 de agua.

5. Determinación de las sales (cenizas).—En una cápsula de platino se evaporan 10-20 gr de jugo; humedécese el residuo con algunas gotas de ácido sulfúrico concentrado, se calienta con cuidado sobre una llama hasta carbonización de la masa, y luego, a llama directa o en una mufla, hasta incineración completa, teniendo la precaución de no llegar a calentar hasta fusión de las cenizas. Del peso hallado, que representa las sales sulfatizadas, se resta $\frac{1}{10}$ para obtener las sales, de las cuales se deduce luego el tanto por ciento.

6. Cálculo de las substancias fijas no azucaradas (No azúcar).—Vienen dadas por la diferencia entre el tanto por ciento de substancia seca y el tanto por ciento de azúcar. Restando del *No azúcar total* así hallado, el tanto por ciento de sales, resulta el *No azúcar orgánico*.

7. Cálculo del cociente de pureza.—De los resultados del análisis del jugo se deduce, mediante una proporción, el azúcar por ciento de substancia seca, y tal valor recibe el nombre de *Cociente* o *Coeficiente de pureza* del zumo. Si la substancia seca ha sido determinada directamente, se obtiene el cociente de pureza *efectivo*; en cambio, si se toma como valor de la substancia seca el grado Brix del jugo, resulta el cociente de pureza *aparente*. En fin, si se toma la substancia seca determinada por el método refractométrico, se tiene el cociente de pureza *óptico*, que representa también un cociente aparente, pero en general más próximo al efectivo que al cociente aparente deducido del grado Brix.

8. Determinación de la acidez.—En los zumos de difusión no alterados la acidez es en general muy pequeña. Cuando conviene determinarla, se valoran 100 cm^3 de jugo, en presencia de algunas gotas de solución de fenolftaleína, con sosa cáustica decinormal; el resultado se expresa en gramos de óxido de calcio necesarios para saturar la acidez de 100 cm^3 de jugo, teniendo presente que 1 cm^3 de álcali decinormal corresponde a 0,0028 gr de CaO.

***

Al considerar los resultados del análisis del zumo de remolachas, débese tener en cuenta particularmente el tanto por ciento de azúcar y el cociente de pureza. En igualdad de contenido sacarino, los zumos que tienen un cociente de pureza más elevado dan un rendimiento mayor en producto final. El azúcar invertido no se halla más que en pequeñísima cantidad, y sólo en los zumos alterados.

ZUMOS DEFECADOS

Para el análisis de los zumos defecados, además de las determinaciones del peso específico, del azúcar, del agua, del no-azúcar, de las sales y del cociente de pureza, que se llevan a cabo del modo descrito para los zumos de difusión, son también necesarias las determinaciones de la alcalinidad y de la cal. No se efectúa en general la determinación del azúcar invertido, que no se halla en tales zumos a causa de su alcalinidad.

1. Determinación de la alcalinidad.—Valóranse 50 cm^3 del zumo con ácido sulfúrico (o clorhídrico) decinormal, usando como indicador la fenolftaleína, y expresando el resultado en óxido de calcio por 100 cm^3; 1 cm^3 de ácido decinormal corresponde a 0,0028 gr de CaO. En las fábricas, para simplificar el cálculo, debiéndose proceder a numerosas determinaciones, se suele emplear un ácido de título tal, que 1 cm^3 corresponda a 0,01 gr, o bien a 0,001 gr de CaO (según se trate de jugos más o menos alcalinos), con el cual se valoran 10 cm^3 de zumo.

2. Determinación de la cal.—Podría determinarse la cal en los zumos por el conocido método de precipitación mediante el oxalato amónico, y consecutiva valoración con el permanganato; pero en la industria se suele seguir un método más rápido: el hidrotimétrico propuesto por Pellet.

A tal fin se prepara una solución alcohólica de jabón (jabón blanco de Marsella en alcohol de unos 60°; V. tomo I, Cap. Aguas), de tal concentración que 1 cm^3 de la misma corresponda a 0,0005 gr de CaO. El título se comprueba mediante una solución de cloruro de bario, que contenga 0,436 gr de cloruro de bario cristalizado por litro; 40 cm^3 de esta solución (correspondientes a 0,004 gr de CaO) deben requerir 8 cm^3 de la solución de jabón para formar por agitación una espuma persistente.

En un frasco de tapón esmerilado se vierten 20 cm^3 de zumo, que se diluyen con agua destilada hasta unos 150; agréganse algunas gotas de ácido acético, alcalinízase débilmente con algunas gotas de amoníaco, y se valora con la solución de jabón, que se agrega hasta que, agitando el frasco cerrado, se produzca una espuma de una altura de 1 cm que persista al menos por 10 minutos. El resultado se expresa en óxido de calcio por 100 cm^3 de zumo.

* * *

Respecto a las conclusiones que hayan de deducirse del análisis de los zumos defecados debe repetirse cuanto se ha dicho a propósito de los zumos de difusión. Las determinaciones de la alcalinidad y del contenido en cal tienen importancia porque por ellas quedan establecidos límites determinados según los casos. Los zumos defecados deben ser alcalinos; pero, naturalmente, si la alcalinidad fuese excesiva, producirían pérdidas de azúcar en las subsiguientes operaciones de concentración del zumo.

ZUMOS DENSOS Y JARABES

Las principales determinaciones que pueden efectuarse en los zumos densos y en los jarabes son las mismas que se han señalado para los zumos delecados y se procede como se halla expuesto en los n. 1 a 6. A veces se determina también el color por el método descrito en el n. 7.

En algún caso puede existir azúcar invertido, y más raramente rafinosa, para cuyas determinaciones véase más adelante en Azúcares brutos.

1. Determinación del peso específico.—El peso específico de los azúcares densos y de los jarabes se determina mediante los densímetros, o, cuando se exija mucha exactitud, con los picnómetros. El uso de la balanza de Westphal está dificultado por la viscosidad de estos productos.

Puede determinarse también directamente el grado Brix con los sacarómetros, y si fuere preciso previa dilución con un peso igual o múltiplo de agua, y en tal caso, multiplicando el grado leído por la dilución (por ejemplo multiplicando por 2 si se ha diluido con un peso igual de agua).

Por el método de la dilución se puede también determinar, con aproximación a menudo suficiente, el peso específico sirviéndose de los densímetros y aun de la balanza de Westphal. En tal caso, del peso específico hallado se deduce, mediante las tablas conocidas, el grado Brix correspondiente, el cual multiplicado por la dilución, da el grado Brix de la solución primitiva; de éste, a ser preciso, se deduce con las mismas tablas el correspondiente peso específico.

Ejemplo: Diluyéronse 10 gr de substancia con 90 gr de agua y el peso específico de la solución a 17°,5 resultó ser 1,0201. A éste corresponde un grado Brix 5,1; siendo 10 la dilución, el grado Brix de la substancia primitiva es 51, al cual corresponde un peso específico 1,2383.

2. Determinación del azúcar.—En una cápsula de packfong o de níquel se pesan exactamente 26,048 gr de substancia (usando graduaciones Mohr), y se pasan a un matracito de 100 cm^3, lavando perfectamente la cápsula con agua. Agrégase acetato básico de plomo en la cantidad precisa para precipitar las impurezas, y si conviene se completa la clarificación con un poco de alúmina gelatinosa (papilla de hidrato de aluminio recién precipitado, y bien lavado con agua por decantación); se añade agua hasta exacto enrase, se agita, se deja posar, se filtra y se polariza. El resultado de la lectura da directamente el tanto por ciento en peso de azúcar en el zumo.

En el caso de existir en cantidades sensibles el azúcar invertido o la rafinosa, no basta la polarización directa para la exacta determinación de la sacarosa y hay que proceder como está expuesto más adelante para las melazas.

3. Determinación del agua y de la substancia seca.—Puede procederse directamente o por vía indirecta.

a) *Determinación directa.*—Procédese de modo análogo al ya descrito para los zumos de difusión, pero se emplean solamente 3-5 gr de substancia, y después de haberlos pesado en la cápsula ya tarada con la arena (unos 50 gr) y con la varilla, se deja la cápsula en la estufa por un cuarto de hora para que la substancia se fluidifique y penetre en la arena; quítase la cápsula de la estufa, pónese sobre una hoja de papel satinado y con la varilla se mezcla cuidadosamente hasta obtener una masa homogénea. Luego se deseca en la estufa, primero a unos 70° y después a 100°-110° hasta peso constante, lo que requiere unas 8 horas.

b) *Determinación indirecta.*—Puede calcularse el agua, como en los zumos de difusión, considerando como expresión de la substancia seca el grado Brix, o con mayor aproximación el tanto por ciento de azúcar obtenido por el método refractométrico; en uno y otro caso el resto de 100 representará el agua.

Cuando se trate de líquidos muy densos o colorados, o bien que contengan particulas sólidas, la determinación del índice de refracción se podrá hacer previa dilución con un peso conocido de agua, y teniendo debida cuenta del resultado en el cálculo: si un peso p de substancia ha sido diluído con un peso p' de agua y la mezcla tiene un índice de refracción correspondiente a un tanto por ciento a de agua, el tanto por ciento de ésta en la substancia no diluída vendrá dado por $a - \frac{(100 - a)\,p'}{p}$.

Claro está que los resultados de la determinación refractométrica son tanto menos exactos cuanto mayor es la cantidad de substancias no sacarinas contenidas en el líquido en examen; para obviar en parte tal causa de error, en el caso de productos muy impuros, se ha aconsejado diluirlos no con agua, sino con un peso conocido de una solución de azúcar puro de la cual se haya determinado previamente el agua con el refractómetro. En tal caso, para el cálculo, si un peso p de substancia ha sido mezclado con un peso p' de una solución de azúcar puro cuyo índice de refracción corresponda a un tanto por ciento a' de agua, y si el índice de refracción de la mezcla corresponde a una proporción de agua a, el tanto por ciento de agua en la substancia en examen vendrá dado por $a - \frac{p'\,(a' - a)}{p}$.

4. Determinación de las sales (cenizas).—Procédese como en los zumos de difusión, pero empleando solamente 2 ó 3 gr de substancia y agregando en seguida el ácido sulfúrico.

5. Cálculo del no azúcar y del cociente de pureza.—Procédese como para los zumos de difusión.

6. Determinaciones de la alcalinidad y de la cal.—Procédese en

los zumos densos de modo análogo al indicado para los zumos defecados. Debe advertirse, no obstante, que para la determinación de la alcalinidad se toman solamente 20-25 cm^3 de zumo y se diluyen lo suficiente para tener un líquido de poco color; si el zumo es tan colorado que no permite apreciar con seguridad el cambio de color de la fenolftaleína, se hará uso de papel de tornasol muy sensible, procediendo al toque.

Para la determinación de la cal, se toman sólo 10 cm^3 de zumo, diluyéndolos y valorando con solución alcohólica de jabón, como ya se ha descrito.

En ambas determinaciones se acostumbra referir los resultados a 100 gr y no a 100 cm^3 de zumo; a tal fin basta pesar la substancia para la determinación.

7. Determinación del color.—Cuando esta determinación sea requerida, se puede proceder con un colorímetro cualquiera, como el de Stammer (V. Cap. Aceites minerales, tomo I) o el de Duboscq (V. Cap. Vinos, tomo II).

En el primer caso, sirve para la confrontación un doble disco de vidrio teñido de amarillo de determinada intensidad *(color normal)*, y se toma por unidad el color de un líquido cuyo estrato de 100 mm de espesor dé un color igual al normal; de aquí que el color de un líquido determinado se obtenga dividiendo 100 por el espesor del estrato necesario para tener una intensidad de color igual a la normal. Refiérese luego el color hallado a 100 de azúcar puro, teniendo en cuenta el tenor en azúcar del zumo y la dilución a que se le ha sometido para la determinación.

Si se usa el colorímetro Duboscq, se toma como término de comparación un líquido tipo, que hasta ahora, sin embargo, no ha sido establecido para todos los casos: unos usan soluciones de azúcar caramelizado de determinada intensidad colorante; otros una solución de yodo al 1 por 1000.

MASAS COCIDAS

Al proceder al análisis de las masas cocidas, hay que tener presente que se trata de productos poco homogéneos, por estar formados por una parte líquida que lleva a menudo en suspensión azúcar cristalizado; por esto, para obtener de su análisis resultados atendibles, es necesario tener la precaución de mezclar bien la muestra, para tomar de ella partes, en lo posible, proporcionales de cristales y del líquido.

Las determinaciones necesarias para el análisis de una masa cocida son las mismas que para los zumos densos y se llevan a cabo según los mismos métodos ya expuestos.

Mas por lo que respecta a la determinación del *peso específico*,

hay que advertir que a menudo, en las fábricas, basta un dato aproximado, que se deduce pesando la masa cocida que llena un gran recipiente (por ejemplo, un cubo) de capacidad conocida. Mas cuando se trate de practicar en el laboratorio una determinación exacta del peso específico de una masa cocida, se procederá del modo expuesto a continuación para las Melazas.

MELAZAS

Las determinaciones que han de realizarse sobre las melazas son las mismas que se llevan a cabo para el análisis de los jugos densos y de las masas cocidas; siendo particularmente importantes las del azúcar, del agua y del cociente de pureza. Con respecto al método que hay que seguir, merecen especial mención las determinaciones del peso específico, del agua y del azúcar, mientras que para las otras se remite a cuanto se ha expuesto con respecto a las masas cocidas. En algunos casos conviene proceder también a las determinaciones del azúcar invertido y de la rafinosa, para las cuales puede consultarse el artículo Azúcares brutos.

1. Determinación del peso específico.—Antes de proceder a ella es necesario eliminar las burbujas de aire retenidas en la masa, y a veces los cuerpos extraños que tiene en suspensión.

Sirve a tal fin un gran embudo, que se llena de melaza, mientras el orificio se mantiene cerrado por una varilla de vidrio; el embudo está colocado en un baño de agua hirviente, contenida en un cilindro de metal: el agua no debe tocar el extremo del cuello del embudo; o bien en una envoltura metálica de dobles paredes por la que circula vapor de agua hirviente. De tal suerte la melaza se fluidifica y las burbujas de aire suben a la superficie junto con la mayor parte de cuerpos extraños en suspensión, formando una densa espuma que protege a la melaza de la evaporación, mientras la arena y demás partículas pesadas pasan al fondo. Cuando la espuma se ha acumulado en la superficie, se separa el embudo del baño, y se coloca en un soporte, levántase cuidadosamente la varilla para dar paso a las primeras porciones de melaza, que arrastran las partículas de arena, y se vuelve a cerrar el cuello con la varilla. Colócase entonces debajo del embudo un matraz graduado de 50 cm^3, previamente pesado, y calentado para evitar la solidificación inmediata del producto; y elevando la varilla, se deja caer continuamente melaza hasta el arranque del cuello evitando manchar éste por encima de la señal, en cuyo caso habría que limpiarlo cuidadosamente con papel de filtro.

Déjase en reposo el matracito para dejar subir las burbujas de aire que pueden haber quedado retenidas por la substancia, enfríase a 17°,5 (o a 20° si se empleasen vasijas graduadas a esta temperatura) y se pesa; el aumento de peso indicará el peso de la melaza empleada.

Agrégase luego cuidadosamente, mediante una pipeta afilada, agua hasta el enrase, evitando que este líquido se mezcle con la melaza, y se vuelve a pesar para conocer el volumen del agua agregada (o bien se hace uso de una pipeta graduada, para verter el agua). El volumen de agua agregado se resta de 50 cm^3 y así se obtiene el volumen de la melaza pesada; por fin, se calcula el peso específico dividiendo el peso por el volumen.

En muchos casos se puede determinar con suficiente aproximación el peso específico, o el grado Brix, de las melazas de un modo más fácil y rápido, siguiendo el método de dilución, ya expuesto para los zumos densos.

2. Determinación del agua.—El agua puede determinarse en las melazas no sólo por los métodos directo e indirecto descritos para los zumos densos, sino también por el método siguiente (1):

En un matraz cónico de 400 cm^3 se pesan exactamente 50 gr de substancia; agréganse 200 cm^3 de esencia de trementina, y se destila al baño de arena o de aceite, sirviéndose de un pequeño refrigerante y de un termómetro. La destilación empieza a 90°-95°, luego la temperatura se eleva lentamente a 155°-160°. Recógense 130-150 cm^3 de destilado en un recipiente graduado en décimas de centímetro cúbico, y terminada la destilación se lee el volumen del estrato acuoso inferior, que multiplicado por 2 da el tanto por ciento de agua en la melaza.

3. Determinación del azúcar.—A causa del color obscuro de las melazas, la solución se prepara disolviendo la mitad del peso normal en 100 cm^3. Al proceder a la disolución ocurre de ordinario que se forma mucha espuma, y por esto son útiles a tal fin matracitos cuyo cuello está ensanchado por encima de la señal. Una vez pasada la substancia al matraz con un poco de agua, se clarifica con acetato básico de plomo, evitando emplear un exceso, y agregándolo solamente mientras produce precipitado; si el líquido queda muy colorado, se puede clarificar ulteriormente con un poco de papilla de alúmina gelatinosa recién precipitada. Agrégase después una solución de sulfato sódico para precipitar el exceso de plomo (algunos prefieren emplear fosfato sódico, o una mezcla de fosfato y sulfato); agítase, complétase el volumen, mézclase bien, déjase posar un poco y se filtra por filtro seco.

Con un ensayo preliminar se prueba si la melaza contiene azúcares reductores en cantidad sensible y capaz de influir sobre la polarización de un modo apreciable. En caso negativo, el resultado de la polarización directa de la solución obtenida del modo antes descrito, multiplicado por 2 (o por 4 si se ha usado un tubo de 10 cm), da el tanto por ciento de sacarosa.

---

(1) Testoni: *Staz. sper. agrarie italiane*, 1904, XXXVII, pág. 366.

Si por el contrario existe azúcar invertido, 50 cm^3 de la solución antedicha se someten a la inversión del modo conocido, se polariza la solución invertida, y de las dos polarizaciones se deduce la sacarosa por la fórmula de Clerget (V. además Azúcares brutos).

En el caso de existir rafinosa, se procede también por el método de inversión, y se calcula luego como se expondrá para los Azúcares brutos.

* * *

Las melazas de las azucareras italianas tienen un cociente de pureza inferior a 63, que es el límite prescrito por las leyes italianas.

AZÚCARES BRUTOS

Preséntanse en cristales más o menos gruesos, húmedos, de color variable entre el blanco amarillento y el pardo, de olor más o menos desagradable, debido a substancias extrañas provenientes de las remolachas (1).

Para el análisis de los azúcares brutos son siempre necesarias las determinaciones del azúcar (sacarosa) y de las sales solubles, de cuyos resultados se deduce luego el rendimiento de la refinación. Además pueden convenir las determinaciones del azúcar invertido, del agua y del no azúcar, y en algún caso las de la rafinosa, de las cenizas totales, de la alcalinidad y la investigación del anhídrido sulfuroso. El examen del color en la actualidad rara vez se exige.

Hay que advertir que a menudo las muestras de azúcares brutos se presentan poco homogéneas, por la tendencia del líquido siruposo adherido a los cristales a ganar el fondo de los recipientes. Por esto, antes de proceder al análisis, hay que mezclar bien la muestra, lo que se consigue por medio de una espátula después de haberlo vertido todo en una gran cápsula de porcelana, procurando aplastar los grumos que existan y operando lo más rápidamente posible; luego se pasa de nuevo al recipiente.

1. Determinación de la sacarosa.—La sacarosa se determina por medio de la polarización, de la cual, cuando no existan en cantidad sensible otras substancias ópticamente activas, se deduce directamente el tanto por ciento de sacarosa en la muestra; el procedimiento que en tal caso debe seguirse está expuesto a continuación en *a*. En cambio, cuando existen otras substancias activas (azúcar invertido, y a veces rafinosa), para obtener el tanto por ciento de sacarosa hay que proceder del modo descrito en *b* (2).

---

(1) Los azúcares brutos de caña no tienen olor desagradable.

(2) El azúcar invertido se halla generalmente en pequeña cantidad en los azúcares brutos de remolacha, pero en cambio puede hallarse en cantidad bastante elevada (hasta 2 y más por 100) en los azúcares de caña.

Débese observar también que en la práctica industrial se acostumbra indicar a menudo el resultado de la polarización directa en vez del verdadero tanto por ciento de sacarosa, y dar por separado el tanto por 100 de azúcar invertido.

a) DETERMINACIÓN DE LA SACAROSA EN AUSENCIA DE OTROS AZÚCARES.—En una cápsula de packfong o níquel se pesan 26,048 gr de azúcar (si se emplean recipientes graduados según Mohr a 17°,5; o 26 gr si se emplean las graduaciones en centímetros cúbicos verdaderos a 20°), y se vierten mediante un embudo adecuado del mismo metal, en un matraz graduado de 100 cm^3, si conviene después de haberlos humedecido con un poco de agua. Agrégase agua fría, lavando con ella, mediante el frasco lavador, la cápsula y el embudo, con objeto de llenar el matraz hasta no más de las tres cuartas partes, y se agita de vez en cuando hasta disolución completa; luego se añade agua hasta enrase, y agitando se mezcla bien.

De ordinario la solución queda colorada y turbia y por lo tanto requiere una clarificación para poder ser observada al polarímetro. A tal fin se vierten 50 cm^3 en un matracito de 50-55 cm^3 (conservando el resto para la determinación de las cenizas solubles, con arreglo al n. 4), y se agrega gota a gota acetato básico de plomo en cantidad suficiente para decolorarla, pero evitando la adición de un exceso: en general son precisos de 1 a 2 cm^3, según la intensidad del color. Para asegurarse de que la clarificación ha sido suficiente, se agita, se deja sedimentar el precipitado, y se observa si otra gota de acetato de plomo produce en el líquido un nuevo enturbiamiento. Cuando así no sucede, se completa el volumen de 55 cm^3 con agua, se agita, se deja sedimentar otra vez durante un cuarto de hora, y se filtra todo el líquido con un filtro seco de unos 12 cm de diámetro, recogiendo el filtrado en una probeta y cubriendo el embudo con un vidrio para evitar la evaporación. Como a veces las primeras porciones pasan algo turbias, es conveniente filtrar nuevamente las primeras gotas. En algún caso, la clarificación con el acetato de plomo no es suficiente, y entonces se recomienda la adición, antes de completar el volumen de 55 cm^3, de un poco de papilla de alúmina gelatinosa. Si al llenar hasta enrase se forma espuma, puede eliminarse con un gota de éter. El filtrado se polariza en tubo de 20 cm, y al resultado de la polarización se suma $\frac{1}{10}$ de la misma polarización, para tener en cuenta la dilución. La polarización así corregida representa el tanto por ciento de sacarosa.

b) DETERMINACIÓN DE LA SACAROSA EN PRESENCIA DE OTROS AZÚCARES —Además de la sacarosa, puede existir en los azúcares brutos el azúcar invertido, que se reconoce mediante el líquido de Fehling por el ensayo preliminar descrito en el n. 2 de este mismo artículo, o bien mediante el líquido de Soldaini. La rafinosa no se encuentra

ordinariamente en cantidad sensible; pero debe sospecharse su presencia en los azúcares procedentes de la elaboración de las melazas. De la presencia de la rafinosa son indicios, aunque no siempre seguros, la forma alargada de los cristales y la polarización relativamente muy elevada, de modo que la suma de ésta, del agua y de las cenizas da ya alrededor de 100 o más de 100 (1).

Si existe una pequeña cantidad de azúcar invertido, para obtener el tanto por ciento de sacarosa se puede corregir simplemente la polarización agregándole el tanto por ciento del azúcar invertido, multiplicado por 0,31.

En cambio si la cantidad de azúcar invertido es superior a 2 por 100, o si existe rafinosa, para tener el verdadero tanto por ciento de sacarosa hay que recurrir al *Método de inversión*, procediendo como sigue: Determinada la polarización directa como se ha dicho antes, se disuelven otros 26,048 gr del azúcar en examen en unos 80 cm^3 de agua, en un matraz de 100 cm^3; se agrega, gota a gota, acetato básico de plomo hasta que no produzca más precipitado, y evitando emplear un exceso; agítase, déjase posar, y al cabo de un cuarto de hora se agrega con cuidado una solución saturada de sulfato sódico, en cantidad suficiente para precipitar el exceso de plomo; complétase el volumen, agítase bien, déjase posar y se filtra. Introdúcense 50 cm^3 del filtrado en otro matraz de 100 cm^3, agréganse unos 25 cm^3 de agua y 5 cm^3 de ácido clorhídrico de peso específico 1,188 y se procede a la inversión por el método conocido (V. Métodos generales, pág. 157). Verificada la inversión y neutralizado el líquido, se diluye con agua hasta 100 cm^3 y se polariza, teniendo en cuenta la temperatura, que debe ser lo más posiblemente próxima a 20°. El resultado se multiplica por 2 para tener en cuenta la dilución. Determinada así la polarización antes y después de la inversión, se calcula el tanto por ciento de sacarosa, empleando, si existía azúcar invertido, la fórmula de Clerget (2) (V. fórmula VIII en la pág. 161).

$$X = \frac{100\,(P - P_1)}{142{,}66 - 0{,}5t}$$

y si existía rafinosa, la fórmula (V. pág. 162):

$$X = \frac{0{,}5124\,(P - P_1)}{0{,}839}$$

en las cuales P y P^1 son las polarizaciones antes y después de la inversión, teniendo en cuenta el signo. En el caso, por lo demás raro, de existir simultáneamente azúcar invertido y rafinosa (V. también

(1) Una polarización muy alta, acompañada de un fuerte poder reductor para el licor de Fehling, es indicio de la adición de azúcar de fécula, lo que por lo demás raramente ocurre.

(2) La misma fórmula se puede utilizar también en presencia de glucosa agregada.

Métodos generales, pág. 166), se puede aplicar también esta última fórmula, pero corrigiendo las polarizaciones a base del azúcar invertido hallado.

2. Determinación del azúcar invertido.—Llévase a cabo según uno de los métodos expuestos en *b* y *c*: para saber cuál de ellos conviene seguir hay que proceder en primer lugar al ensayo preliminar indicado en *a*.

a) Ensayo preliminar.—Disuélvense en un matraz 5 gr de substancia en 20 cm^3 de agua caliente, agréganse 12 cm^3 de licor de Fehling y se calienta a la ebullición por 2 minutos. Si se forma un precipitado rojizo de óxido cuproso en cantidad apreciable, existe azúcar invertido. En tal caso, si el líquido ha quedado azul, o si filtrado o acidificado con ácido acético, da con el ferrocianuro potásico un precipitado o una coloración rojo-pardusca, se puede admitir que el azúcar invertido está en cantidad inferior, todo lo más levísimamente superior a 1 por 100, y se aplica el método descrito en *b*. En cambio, si el filtrado no tiene color y no da la reacción del ferrocianuro, el azúcar invertido excede de 1 por 100, y se aplica el método descrito en *c* (1).

b) Método de Herzfeld.—Disuélvense en agua 25 gr de la muestra en un matraz de 25 cm^3, clarifícase con la cantidad necesaria de acetato de plomo, evitando un exceso, complétase el volumen y se filtra. A 80 cm^3 del filtrado, tomados en otro matraz de 100 cm^3, se agrega gota a gota una solución de fosfato o de sulfato sódico hasta precipitación completa del exceso de plomo; dilúyese hasta enrase, agítase, déjase posar y se filtra de nuevo. De este filtrado se toman para la determinación 50 cm^3, correspondientes a 10 gr de substancia (en el caso de que la clarificación no fuese necesaria bastaría disolver 20 gr de la muestra en 100 cm^3, filtrar y tomar 50 cm^3 de la solución).

Los 50 cm^3 de la solución azucarada se mezclan, en un matraz cónico de unos 250 cm^3, con 50 cm^3 de licor de Fehling (25 cm^3 de solución cúprica y 25 de solución alcalina), y se calienta rápidamente hasta hervir, manteniéndolo en ebullición exactamente por 2 minutos, y procediendo del modo ya descrito (V. Métodos generales, pág. 151). Del peso de cobre hallado se deduce el tanto por ciento de azúcar invertido en la substancia, mediante la siguiente tabla XIX. Como también la sacarosa da lugar a una ligerísima reducción del licor de Fehling, si resulta una cantidad de cobre inferior a 50 mg (mínimo que figura en la tabla) debe concluirse que el azúcar invertido no existe, o se halla en cantidad no determinable.

---

(1) El ensayo preliminar, repetido variando convenientemente la cantidad del reactivo o de la substancia, y teniendo en cuenta el coeficiente de reducción del azúcar invertido, puede servir como determinación aproximada del mismo.

TABLA XIX

Por ciento de azúcar invertido en el azúcar, correspondiente al cobre pesado, empleando 10 gramos de substancia (Herzfeld)

Cobre mg	Azúcar invertido %	Cobre mg	Azúcar invertido %	Cobre mg	Azúcar invertido %	Cobre mg	Azúcar invertido %
50	0,05	100	0,30	150	0 66	200	0,85
55	0,07	105	0,32	155	0,59	205	0,88
60	0,09	110	0,35	160	0,62	210	0,90
65	0,11	115	0,38	165	0,65	215	0,93
70	0,14	120	0,40	170	0,68	220	0,96
75	0,16	125	0,43	175	0,71	225	0,99
80	0,19	130	0,45	180	0,74	230	1,02
85	0,21	135	0,48	185	0,76	235	1,05
90	0,24	140	0,51	190	0,79	240	1,07
95	0,27	145	0,53	195	0,82	245	1,10

c) MÉTODO DE MEISSL Y HILLER.—Prepárase, como en el método precedente, la solución clarificada de 20 gr de substancia por 100 cm³, y se verifica un ensayo preliminar, vertiendo gota a gota, mediante una bureta graduada, algunos centímetros cúbicos de esta solución en una mezcla de 10 cm³ de licor de Fehling y 40 cm³ de agua, mantenido en ebullición, hasta completa decoloración del líquido.

Del número de centímetros cúbicos empleados se deduce aproximadamente la cantidad de azúcar invertido existente en el líquido azucarado, teniendo en cuenta que 10 cm³ del líquido de Fehling son decolorados por unos 0,05 gr de azúcar invertido.

Del resultado de este ensayo preliminar se deduce la cantidad de solución que ha de emplearse en la determinación, teniendo en cuenta que la cantidad de azúcar invertido presente en cada ensayo no ha de ser superior a 0,2 gr.

Tómase entonces la cantidad de solución necesaria para ello, se agrega a 50 cm³ del líquido de Fehling, completando con agua el volumen de 100 cm³, y se calienta a la ebullición, procediendo exactamente como en el método de Herzfeld.

Para el cálculo sirve la fórmula:

$$x = \frac{Cu}{p} \cdot F$$

siendo x el tanto por ciento de azúcar invertido, Cu la cantidad de cobre pesada, p el peso de substancia contenido en el volumen de solución empleado para el ensayo, y F un factor que varía con la cantidad de azúcar invertido y de sacarosa presentes en la solución empleada, y que puede deducirse de la siguiente tabla XX.

TABLA XX

Factores para el cálculo del azúcar invertido en los azúcares que contienen más del 1 % (Meissl y Hiller)

Razón entre sacarosa y azúcar invertido (S : I)	Cantidad aproximada de azúcar invertido en miligramos						
	200	175	150	125	100	75	50
	Valores de F						
0 : 100	56,4	55,4	54,5	53,8	53,2	53,0	53,0
10 : 90	56,3	55,3	54,4	53,8	53,2	52,9	52,9
20 : 80	56,2	55,2	54,3	53,7	53,2	52,7	52,7
30 : 70	56,1	55,1	54,2	53,7	53,2	52,6	52,6
40 : 60	55,9	55,0	54,1	53,6	53,1	52,5	52,4
50 : 50	55,7	54,9	54,0	53,5	53,1	52,3	52,2
60 : 40	55,6	54,7	53,8	53,2	52,8	52,1	51,9
70 : 30	55,5	54,5	53,5	52,9	52,5	51,9	51,6
80 : 20	55,4	54,3	53,3	52,7	52,2	51,7	51,3
90 : 10	54,6	53,6	53,1	52,6	52,1	51,6	51,2
91 : 9	54,1	53,6	52,6	52,1	51,6	51,2	50,7
92 : 8	53,6	53,1	52,1	51,6	51,2	50,7	50,3
93 : 7	53,6	53,1	52,1	51,2	50,7	50,3	49,8
94 : 6	53,1	52,6	51,6	50,7	50,3	49,8	48,9
95 : 5	52,6	52,1	51,2	50,3	49,4	48,9	48,5
96 : 4	52,1	51,2	50,7	49,8	48,9	47,7	46,9
97 : 3	50,7	50,3	49,8	48,9	47,7	46,2	45,1
98 : 2	49,9	48,9	48,5	47,3	45,8	43,3	40,0
99 : 1	47,7	47,3	46,5	45,1	43,3	41,2	38,1

Para servirse de esta tabla, hay que conocer la cantidad *aproximada* de azúcar invertido contenido en la solución empleada, y la razón de sacarosa a azúcar invertido en la substancia, referida a 100 de azúcares totales. La cantidad aproximada de azúcar invertido se puede tomar igual a $Cu/2$.

En cuanto a la razón entre sacarosa y azúcar invertido se calcula del siguiente modo: estando la cantidad de azúcar invertido $Cu/2$ contenida en el peso p de substancia, con una proporción se deducirá el tanto por ciento, que se indicará con I; se calculará luego el tanto por ciento de sacarosa, que se indicará con S, agregando a la polarización de la substancia en examen el producto 0,31 I.

Hallada así la cantidad de sacarosa y de azúcar invertido referidas a $S + I$ de azúcares totales, se calculan fácilmente las respectivas cantidades en 100 de azúcares totales. Así se tienen todos los elementos para deducir de la tabla el coeficiente F y calcular luego el tanto por ciento *exacto* de azúcar invertido en la substancia analizada.

EJEMPLO: Debe determinarse el azúcar invertido, por el método de Meissl, en un azúcar que polariza 90,5 al sacarímetro. En el ensayo preliminar se han necesitado unos 5 cm^3 de solución para decolorar los 10 cm^3 de licor de Fehling; la cantidad empleada para el ensayo deberá ser inferior a 20 cm^3, y se habrán empleado, por ejemplo, 15 cm^3, y obtenido 296 mg de cobre. La cantidad aproximada de azúcar invertido es entonces

$$\frac{296}{2} = 148 \text{ mg}$$

y por esto el factor F debe buscarse en la columna encabezada por 150 mg.

El tanto por ciento aproximado I de azúcar invertido resulta teniendo en cuenta que la solución contiene 20 gr de substancia en 100 cm^3, y por lo tanto 3 gr en los 15 cm^3 empleados; de donde:

$$I = \frac{0{,}148 \times 100}{3} = 4{,}93$$

y el tanto por ciento de sacarosa será:

$$S = 90{,}5 + 0{,}31 \times 4{,}93 = 92{,}03.$$

Los azúcares totales serán iguales a

$$S + I = 96{,}96$$

y las cantidades de sacarosa y de azúcar invertido en 100 de azúcares totales vendrán dadas respectivamente por las fórmulas:

$$\frac{92{,}03 \times 100}{96{,}96} = 94{,}9$$

$$100 - 94{,}9 = 5{,}1$$

por lo que el factor F debe buscarse en la línea de la razón 95 : 5, que es la más próxima a la hallada.

En la intersección de la columna y de la línea indicada se halla, en la tabla, $F = 51{,}2$, mediante el cual se calcula por fin el tanto por ciento verdadero de azúcar invertido:

$$x = \frac{0{,}296}{3} \times 51{,}2 = 5{,}05\%$$

3. Determinación de la rafinosa.—La rafinosa (anhidra) por ciento se calcula mediante la fórmula (pág. 162):

$$Y = \frac{P - X}{1{,}852}$$

siendo P la polarización directa y X el tanto por ciento de sacarosa calculado como ha sido indicado (n. 1 *b*). Si existe también azúcar invertido, la polarización se corrige a base del azúcar invertido hallado (V. también Métodos generales, pág. 165).

4. Determinación de las cenizas solubles (sales solubles).—En una cápsula de platino tarada, de unos 6 cm de diámetro, se vierten 20 cm^3 de la solución del peso normal en 100 cm^3, preparada del modo indicado en el n. 1 *a* y filtrada; y se evaporan al baño maría hasta consistencia siruposa, lo que requiere de ordinario 3 a 4 horas. Al residuo se agregan algunas gotas (cosa de medio cm^3) de ácido sulfúrico

concentrado, con lo que la masa pardea y se carboniza rápidamente. Complétase la carbonización calentando la cápsula en baño de arena, o bien cuidadosamente sobre una llama, moviendo ésta de manera que el carbón hinchado y poroso que se forma no rebose del borde de la cápsula; por fin se incinera a la mufla, calentada al rojo obscuro de modo que no pase de 700° para que las cenizas no fundan; lo cual de ordinario no requiere más de una hora.

También se puede agregar ácido sulfúrico a la solución antes de evaporarla; en tal caso la evaporación al baño maría debe prolongarse hasta tener una masa parda semisólida cuya superficie aparece llena de hoyos, y el subsiguiente caldeo al baño de arena o a la llama debe hacerse hasta que el carbón se destaca netamente de las paredes de la cápsula; después se incinera como se ha dicho.

Del peso de las sales sulfatizadas así hallado, se resta $^1/_{10}$ del mismo, para tener el peso de las sales (cenizas solubles) no sulfatizadas contenidas en la substancia empleada. Este, multiplicado por 19,195 (si se usa el peso normal 26,048), o por 19,231 (si se emplea el peso 26), da las sales solubles por ciento de azúcar.

5. **Determinación de las cenizas totales.** — Difieren éstas de las sales solubles solamente en el caso de que el azúcar contenga cantidades apreciables de impurezas minerales insolubles (arena, etc.). Para determinarlas, se pesan exactamente 3 gr de azúcar en una cápsula de platino, se humedecen con $^1/_2$ cm³ aproximadamente de ácido sulfúrico concentrado y se carbonizan con cuidado en baño de arena o sobre una llama; el carbón obtenido se incinera a la mufla al rojo obscuro, como se ha indicado en la determinación precedente. Del peso de las cenizas sulfatizadas así hallado se resta $^1/_{10}$ del mismo, para obtener las cenizas (no sulfatizadas) contenidas en los 3 gr de substancia empleados, y se calcula por fin el tanto por ciento.

6. **Determinación del agua y cálculo del no azúcar.**—En una cápsula de metal (níquel o latón) o de vidrio de fondo plano, provista de tapa, se pesan 5-10 gr de muestra, según su mayor o menor humedad, que ya viene revelada por el aspecto; desécase en una estufa de aire, exactamente regulada a 105°-110°, por 2 horas o por mayor tiempo si se trata de productos muy húmedos. Déjase enfriar en el desecador, pésase, vuélvese a secar por media hora para asegurarse de que no hay más pérdida de peso, y de la diminución de peso se deduce el tanto por ciento de agua en la muestra.

Restando de 100 la suma de los tantos por ciento de agua y de azúcar, se obtiene el tanto por ciento de *No azúcar total*, del que restando el tanto por ciento de las cenizas, resulta el *No azúcar orgánico*.

7. **Cálculo del rendimiento a la refinación.**—El rendimiento de un azúcar bruto en azúcar refinado se calcula admitiendo que es

igual al tanto por ciento de sacarosa, rebajado en el contenido en algunas substancias orgánicas o melazogénicas que impiden la cristalización de la sacarosa, multiplicado por algunos coeficientes, llamados de reducción, deducidos de la práctica. Para los usos del comercio y según la ley italiana, a los efectos fiscales, el cálculo del rendimiento se hace restando del tanto por ciento de sacarosa, el quíntuplo del tanto por ciento en cenizas solubles; por admitirse que una parte de sales solubles impide la cristalización de 5 partes de sacarosa.

El modo de calcular el rendimiento puede variar según los usos comerciales de los diversos países; así en algunos lugares se resta de la polarización, además del quíntuplo de las cenizas solubles, el tanto por ciento de azúcar invertido, sin modificación o multiplicado por otro coeficiente establecido; en otras partes se resta el cuádruplo de las cenizas solubles y el doble de los azúcares reductores; y a veces se establecen rebajas fijas para ciertas determinadas clases de productos.

8. Determinación de la alcalinidad.—Cuando la solución acuosa del azúcar en examen presenta reacción alcalina, se determina la alcalinidad disolviendo en agua 20-50 gr de la muestra y valorando la solución con ácido sulfúrico decinormal, como ha sido descrito para los zumos defecados. La alcalinidad se calcula en gramos de CaO por 100 gr de azúcar.

9. Investigación del anhídrido sulfuroso.— Procédese a esta investigación en los azúcares provenientes de zumos decolorados mediante el anhídrido sulfuroso. En un matracito se disuelven 10 ó 15 gr de azúcar en unos 25 cm^3 de agua, se agrega un grano de zinc puro (o bien 0,3-0,4 gr de alambre de magnesio) y 5 cm^3 de ácido clorhídrico puro; si existía anhídrido sulfuroso se desprenderá hidrógeno sulfurado, reconocible por el olor y por el ennegrecimiento de una tira de papel de filtro humedecido con solución de acetato de plomo, que se introduce en el cuello del matraz sin hacerle tocar el líquido.

10. Determinación del color. — Cuando se requiera esta determinación, se llevará a cabo disolviendo una determinada cantidad de azúcar (p. ej. 20 gr) un matraz de 100 cm^3 y completando el volumen. La solución se observa en los colorímetros, como se ha descrito para los zumos densos, y se refieren los resultados a 100 de azúcar puro.

En la práctica comercial, en general no se hace más que confrontar el azúcar en examen con una serie de tipos preestablecidos, que por ejemplo, para los azúcares de caña, forman la llamada *Escala holandesa*.

La importancia del examen de la intensidad del color también queda reducida por poder presentarse a veces azúcares brutos teñidos con colores de alquitrán; éstos pueden descubrirse extrayéndolos con alcohol u otros disolventes, fijándolos sobre lana y caracterizándolos con los métodos expuestos en los artículos Pastas alimenticias, o Tejidos, Análisis químico.

***

Los azúcares brutos de las fábricas italianas tienen de ordinario una polarización de 96-97,5 y un contenido en cenizas de 0,6-1 por 100 y presentan un rendimiento algo inferior a 94 (en general 92-94), límite máximo establecido para los azúcares de segunda clase por las leyes de aduanas y fiscales italianas. Pero se pueden hallar polarizaciones y rendimientos muy inferiores (a veces 85-90 de rendimiento) en los bajos productos y en algunos azúcares especiales preparados para el consumo directo.

AZÚCARES REFINADOS

El análisis de los azúcares refinados se reduce en muchos casos a la determinación de la sacarosa mediante la polarización directa; a veces se determinan también las cenizas y el agua; en algunos casos raros pueden ser necesarias otras determinaciones, como las de los azúcares reductores (azúcar invertido, y a veces glucosa o lactosa, agregados fraudulentamente) y de la rafinosa, o bien la investigación de la sacarina.

Los métodos que han de seguirse son los mismos que sirven para el análisis de los azúcares brutos (para la glucosa y lactosa basta tener presente cuanto se ha expuesto en Métodos generales, y para la sacarina véase además Licores), advirtiendo que en general las soluciones no tienen necesidad de clarificación con acetato de plomo para la determinación de los azúcares. Así la solución del peso normal en 100 cm^3 puede ser observada sin ulterior preparación, o todo lo más previa una simple filtración, al sacarímetro, y el resultado de la lectura expresa el tanto por ciento de sacarosa.

***

Los azúcares refinados del comercio están constituídos en general por sacarosa casi pura, y presentan una polarización poco inferior a 100 (99 a 100).

Adviértase no obstante que también se entregan al comercio, para el consumo directo, azúcares brutos, especialmente coloniales, los cuales tienen una polarización mucho menor y pueden contener cantidades no pequeñas de azúcar invertido. La sofisticación de los azúcares refinados con glucosa o lactosa es mas bien rara; la sofisticación con sacarina se verifica a veces a fin de enmascarar esta última.

PULPAS AGOTADAS

Las tiras agotadas se pueden presentar en estado fresco o desecadas. En el primer caso se preparan para el análisis triturándolas y reduciéndolas a papilla mediante las máquinas especiales ya señaladas para las tiras no agotadas (pág. 169); en el segundo caso, moliéndolas hasta reducirlas a polvo fino. El análisis de estos pro-

ductos se reduce de ordinario a la determinación del azúcar; en algún caso se determina también el agua.

1. **Determinación del azúcar.**—Se procede preferentemente por los métodos de digestión acuosa en caliente (V. Remolachas, n. 1 *b*).

Si se trata del producto húmedo, siguiendo el método Pellet, se toma el doble peso normal, con 1-2 cm^3 de acetato básico de plomo, en matraz de 200 cm^3, y se agregan, por encima del enrase, 1,2 cm^3 de agua. En cambio, procediendo según el método Sachs-Le Docte se emplean 60 gr de pulpa y 177 cm^3 de agua que contenga acetato básico de plomo (admitiendo un contenido medio de agua de 89,7 por 100, es decir, de 53,8 gr en 60 de pulpa). En uno y otro caso la polarización en tubo de 20 cm da en seguida el tanto por ciento de azúcar.

En el caso del producto seco, se toma el medio peso normal con acetato básico de plomo en un matraz de 200 cm^3, agregando por encima del enrase otros 6 cm^3 de agua (o bien se diluyen hasta 200 cm^3, 12,64 gr de substancia si se adoptan las graduaciones de Mohr, o 12,62 gr si se usan las graduaciones en centímetros cúbicos verdaderos); el resultado de la polarización en tubo de 20 cm, multiplicado por 4, da el tanto por ciento de azúcar.

2. **Determinación del agua.**—Procédese por desecación a 105°-110°, según lo expuesto en Remolachas.

AGUAS DE DESECHO Y DE LAVADO

En general el examen de estas aguas se limita a la investigación cualitativa y eventual determinación del azúcar. A veces puede también convenir la determinación de la substancia seca, que puede hacerse ya directamente por desecación, ya por el peso específico o mediante los sacarómetros. (V. Zumos de difusión.)

La investigación cualitativa del azúcar en estas aguas se hace tratando 2 cm^3 del líquido en examen con 5 gotas de una solución alcohólica al 20 por 100 de α-naftol, y luego vertiendo cuidadosamente 10 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado (absolutamente exento de ácido nítrico) de modo que los dos líquidos no se mezclen. En presencia de azúcar, en la superficie de separación se forma un anillo violáceo. Con algún ensayo de confrontación se podrá apreciar también si se trata de una cantidad de azúcar determinable, por ser la reacción en cuestión sensibilísima, hasta el punto de realizarse con evidencia aun con sólo 0,001 por 100 de azúcar.

Cuando convenga la determinación cuantitativa, se procede como para los zumos de difusión. Si la cantidad de azúcar es muy pequeña, se puede hacer uso de tubos polarimétricos más largos que los usualmente empleados; o bien se concentran las aguas, previamente alcalinizadas ligeramente con algunas gotas de lechada de

cal, se neutraliza el residuo con ácido acético diluído, se clarifica, se diluye hasta $^1/_2$ ó $^1/_4$ del volumen primitivo, y se polariza, teniendo luego en cuenta, en el cálculo, la concentración.

BARROS

El análisis de estos residuos se reduce de ordinario a la determinación del azúcar, que se halla en parte libre y en parte en forma de sacarato de cal.

Para la determinación del *azúcar libre*, se pesan 47 gr de barro, se amasan con agua, y se pasa la papilla obtenida a un matraz de 200 cm^3, lavando completamente la cápsula con agua que también se vierte en el matraz; dilúyese hasta enrase, agítase, fíltrase y polarízase. El resultado de la polarización en tubo de 20 cm da el tanto por ciento de azúcar libre, porque la diferencia entre 47 gr y el doble del peso normal sirve para compensar el volumen de la parte insoluble.

Para determinar el *azúcar total*, se pasan, como precedentemente, 47 gr del producto con agua a un matraz de 200 cm^3; se agregan algunas gotas de fenolftaleína, y después, gota a gota y agitando, ácido acético concentrado, hasta desaparición de la coloración roja. Clarifícase con acetato básico de plomo, añádese agua hasta enrase, eliminando la espuma con una gota de éter, se agita, se filtra y se polariza.

La diferencia entre el azúcar total y el libre da el azúcar combinado en forma de sacarato.

Otros azúcares

Además del azúcar comúnmente llamado así (sacarosa), hállanse otros azúcares en el comercio. Entre ellos son los principales la glucosa, de la cual se trata detalladamente a continuación; también se encuentran en el comercio jarabes de maltosa y de azúcar invertido cuyo análisis se indicará brevemente.

GLUCOSA

La glucosa del comercio, que se obtiene mediante la sacarificación de las substancias amiláceas, se presenta ora en estado sólido (*Glucosa sólida*), ora en solución muy concentrada (*Glucosa líquida*, *Jarabes de almidón* o *de fécula*). Así en uno como en otro caso su color varía del blanco al amarillento y al pardo, según las impurezas que contiene.

Las muestras de glucosa para el análisis deben ser tomadas según las normas ya expuestas para las muestras de azúcar y de jarabes de azúcar, y conservadas en recipientes limpios, secos y bien cerrados.

Las determinaciones que ordinariamente se llevan a cabo sobre la glucosa son las del agua, de las cenizas, de los azúcares reductores, de la dextrina; pueden convenir además la de las substancias insolubles y la rebusca de las substancias dulcificantes artificiales, y, especialmente en los jarabes, las de la acidez y del anhídrido sulfuroso.

1. **Determinación del agua.** — Pésanse exactamente 2-3 gr de substancia en una cápsula plana de porcelana, tarada junto con una varilla de vidrio y unos 50 gr de arena silícea gruesa previamente lavada y calcinada; luego, si se trata de glucosa sólida o de un jarabe muy denso, se agrega un poco de agua destilada para poder amasarlo con la arena; mézclase bien utilizando la varilla, evapórase a sequedad al baño maría, y se pone en una estufa a 105°, teniéndolo allí hasta constancia de peso. De la diminución de peso de la substancia empleada se deduce, con una proporción, el tanto por ciento de agua contenido en la substancia.

2. **Determinación de las cenizas.**—Sécanse 5-10 gr de substancia, en una cápsula de platino, primero al baño maría si se trata de un jarabe, y después al baño de arena; carbonízase el residuo seco con precaución sobre una llama directa, incinérase luego el carbón obtenido sobre la misma llama o mejor en una mufla y se pesan las cenizas.

Si éstas son abundantes, conviene someterlas a un examen cualitativo y particularmente buscar en ellas el sulfato de calcio y el cloruro de sodio, debidos al método de fabricación.

3. **Determinación de los azúcares reductores.** — La glucosa comercial contiene de ordinario, además de glucosa, pequeñas cantidades de otros azúcares, especialmente maltosa e isomaltosa, pero la determinación exacta de los diversos azúcares no es fácil, a causa de la presencia en los mismos productos de dextrinas, cuyo poder rotatorio es bastante variable y está mal determinado. De aquí que el análisis se suela limitar a determinar los azúcares reductores, calculándolos todos como glucosa.

Esa determinación se lleva a cabo con el líquido de Fehling, siguiendo ora el método ponderal, ora el volumétrico. La solución se prepara disolviendo en agua destilada 10 gr de substancia, si se trata de una glucosa sólida, o bien 15-20 gr si se trata de un jarabe; diluyendo el volumen hasta un litro y filtrando, a ser preciso, a través de un filtro seco y cubierto.

Si se quiere seguir el método ponderal, que es el más exacto, se emplean 25 cm^3 de esta solución, procediendo según las prescripciones ya señaladas (V. Métodos generales, pág. 150).

Si se quiere seguir el método volumétrico, se vierten, en varios matraces de unos 150 cm³, 5 cm³ de cada una de las dos soluciones Fehling y 40 cm³ de agua, y se procede a diversos ensayos como ha sido ya indicado (Métodos generales, pág. 154). Por ejemplo, en un primer ensayo se emplean 5 cm³ de solución azucarada, y en los sucesivos se varía la cantidad hasta tener dos pruebas en las cuales las cantidades de solución azucarada empleadas difieran en 0,1 cm³ y en una sola de las cuales el filtrado después de los dos minutos de ebullición, acidificado con ácido acético, dé todavía la reacción del cobre con el ferrocianuro.

Representando por a el promedio de los números de centímetros cúbicos de solución azucarada empleados en estas dos últimas pruebas, y con p el peso de substancia disuelto en 1 litro, el tanto por ciento de glucosa en la muestra en examen vendrá dado por $\frac{4945}{a\,p}$ (1).

4. Investigación y determinación de la dextrina.—De la presencia de la dextrina en la glucosa comercial se puede tener indicio mediante una observación polarimétrica, la cual dará un resultado notablemente mayor que el calculado para la glucosa existente en la substancia disuelta (deducido de la determinación realizada según el número 3) (2).

La determinación cuantitativa de la dextrina se hace con suficiente aproximación, basándose en que las diversas dextrinas se transforman por inversión en glucosa. Para tal determinación se puede seguir uno de los procedimientos siguientes:

a) Disuélvense 5 gr de substancia en 400 cm³ de agua, se agregan 40 cm³ de ácido clorhídrico de peso específico 1,125, se calienta por unas 2 horas con refrigerante de reflujo en baño maría hirviente, se enfría, se neutraliza casi exactamente con sosa cáustica (hasta reacción débilmente ácida), se diluye hasta 500 cm³ y en la solución obtenida se determina la glucosa como en el n. 3. La diferencia entre la glucosa ahora hallada y la determinada directamente en la substancia, multiplicada por 0,9, da la cantidad de dextrina.

b) Se introducen 10 gr de substancia en un matraz de 100 cm³ disolviéndolos en un poco de agua y se agregan 20 cm³ de una solución clorhídrica de cloruro de sodio (200 gr de cloruro sódico en 800 cm³ de agua y 200 cm³ de ácido clorhídrico concentrado); se calienta por una hora en baño de agua hirviente, se enfría, se neutraliza casi completamente y se completa el volumen. En el líquido obtenido se determina la glucosa total, después de inversión de la dextrina, con el líquido de Fehling, como en *a*, o bien aproximadamente por vía

(1) Puede usarse, para abreviar el cálculo, la tabla publicada por N. Vaccaroni, *Annali del Lab. chim. Centrale Gabelle*, vol. VII, 1914, págs. 253, 259.

(2) Hay que recordar, no obstante, que también la maltosa y la isomaltosa tienen un poder rotatorio dextrógiro mayor que el de la glucosa.

polarimétrica; a tal fin la solución, preparada como se ha dicho antes, de 10 gr de substancia, invertidos y diluídos hasta 100 cm³ (si conviene, previa clarificación con acetato de plomo), se observa en tubo de 20 cm al sacarímetro; el resultado de la lectura, multiplicado por 10 y dividido por 3,048, da el tanto por ciento de glucosa. Por fin, de la diferencia entre la glucosa total, previa inversión de la dextrina, y la preexistente, se deduce, como en *a*, la dextrina.

5. Determinación de las substancias insolubles.—Disuélvense 20 gr de substancia en 300 cm³ de agua por lo menos, se filtra la solución a través de un filtro previamente desecado a 105° y tarado, en el cual se recoge toda la parte insoluble, para lavarla bien con agua, secarla a la temperatura citada y pesarla. El residuo se examina, si conviene, al microscopio, para reconocer si contiene almidón.

6. Determinación de la acidez.—Esta determinación se lleva a cabo disolviendo en agua 10 gr de substancia y valorando con sosa decinormal, usando como indicador el papel de tornasol sensible o la fenolftaleína. La acidez se expresa en centímetros cúbicos de sosa normal por 100 gr de substancia.

7. Determinación del anhídrido sulfuroso.—Verifícase en una solución de la substancia, por el método que se expone para los vinos o para las cervezas.

8. Investigación de las substancias dulcificantes artificiales.—Para esta rebusca se emplea una solución algo concentrada de la substancia y se aplican los métodos expuestos para los licores (V. Cap. Espíritus y licores).

***

Las glucosas sólidas comerciales más puras son blancas, sin olor, compactas; mientras que las de segunda clase son más o menos amarillas y no tan compactas como las primeras. Los jarabes de primera clase deben ser incoloros, inodoros y límpidos; en cambio, los de segunda clase son amarillos, aunque todavía límpidos, y los de baja calidad pueden ser más o menos pardos. La turbiedad de un jarabe puede ser debida a sacarificación incompleta, a substancias minerales, a fermentos.

Las glucosas sólidas contienen en general de 60 a 80 por 100 de glucosa, de 3 a 15 por 100 de dextrina y otras substancias orgánicas fermentescibles, de 5 a 20 por 100 de agua y de 0,2 a 0,7 por 100 de cenizas. hállanse también en el comercio glucosas muy puras, que contienen hasta 90-96 por 100 y aun más de glucosa y sólo pequeñísima cantidad de otras substancias orgánicas.

Los jarabes de glucosa contienen ordinariamente de 30 a 55 por 100 de glucosa, de 30 a 50 por 100 de dextrina y substancias análogas, de 15 a 25 por 100 de agua; las cenizas varían normalmente entre 0,2 y 0,7 por 100; pero pueden aumentar hasta 2,5 por 100. La acidez, en los jarabes no alterados, no debe requerir para la neutralización más de 2 cm³ de sosa normal por 100 gr de jarabe; el anhídrido sulfuroso, según algunas prescripciones, no debería pasar de 40 mg por Kg de producto, pero a menudo se hallan cantidades mucho mayores.

MALTOSA

La maltosa se halla en el comercio sólida o en forma de jarabes, los cuales en general contienen además de maltosa otros azúcares (especialmente glucosa) y dextrinas. Productos de este género son también los *Extractos de malta*, y entre los jarabes de maltosa deben comprenderse también los que se utilizan en la industria, por las enzimas o diastasas que contienen, como solubilizantes del almidón, por ejemplo el *Diamalta*, el *Diastafor*, el *Glicorzo* y demás.

El análisis de los jarabes de maltosa se hace análogamente al de la glucosa; en particular interesan las determinaciones de los azúcares reductores y de la dextrina.

En los productos solubilizantes antes citados puede también convenir la determinación del poder diastásico.

1. **Determinación de los azúcares reductores.**—La determinación exacta de las diversas substancias reductoras en estos productos es muy difícil, y por esto se determinan conjuntamente, y se expresa el resultado, según los casos, calculándolo ora como maltosa, ora como glucosa.

La solución se prepara disolviendo 20 gr de jarabe en agua, clarificando con acetato básico de plomo, eliminando el exceso de plomo con sulfato sódico, y completando el volumen de 1 litro.

En el líquido filtrado se procede a la determinación con el líquido de Fehling, siguiendo el método ponderal o el volumétrico.

En el primer caso se observan las prescripciones ya expuestas para la maltosa (V. Métodos generales, pág. 152) y se calcula este azúcar con la tabla XVI, pág. 154.

Si, por el contrario, se sigue el método volumétrico, se procede como se indicó en Métodos generales, pág. 154, haciendo durar la ebullición de cada ensayo por 4 minutos y el resultado se calcula como maltosa (coeficiente 0,741) o como glucosa (coeficiente 0,4945), según lo que se requiera.

2. **Determinación de la dextrina.** — Determínase la glucosa total, previa inversión de la dextrina, procediendo como se ha descrito para la glucosa (V. Glucosa, n. 4); y se resta el tanto por ciento de azúcares reductores preexistentes, determinado como se ha expuesto en el n. 1, expresado en maltosa y multiplicado por 1,053 (glucosa proveniente de la inversión de la maltosa existente). La diferencia, multiplicada por 0,9, da el tanto por ciento de dextrina.

3. **Determinación del poder diastásico.**—Esta determinación consiste en una prueba de sacarificación del almidón median-

te la substancia en examen, y puede hacerse procediendo como sigue (1).

Prepárase *engrudo de almidón*, desliendo 15 gr de fécula de arrurruz en 40 cm³ de agua fría, y vertiéndola en 400 cm³ de agua hirviente; tiénese por media hora, agitando a menudo, en baño de agua a la ebullición, déjase enfriar, y dilúyese con agua hasta 500 cm³.

Por otra parte, se disuelven 2 gr de la substancia en examen en 100 cm³ de agua. Luego se procede a la determinación del *poder licuefactor*, es decir de la capacidad de la substancia en examen para disolver el almidón, y luego del *poder diastásico* verdadero, es decir de la capacidad de sacarificarlo.

a) *Poder licuefactor.*—Para determinarlo, se introducen 165-170 cm³ de engrudo de almidón (que contienen unos 5 gr de almidón) en un matraz de 200 cm³, que se pone en un baño a 40° hasta que un termómetro hundido en el líquido del matraz marca 38-40°; entonces se agrega un volumen conocido de solución de la substancia, de ordinario 20 cm³ (correspondientes a 0,4 gr de substancia), se agita, y se vuelve al baño, observando cada medio minuto. La licuefacción se da por cumplida cuando el líquido se presenta móvil, y al agitarlo, las burbujas de aire ascienden rápidamente a la superficie. Del tiempo transcurrido, que representa el tiempo empleado por 0,4 gr de substancia para solubilizar 5 gr de almidón, se deduce, por una proporción, la cantidad de almidón, en gramos, que sería solubilizada por 1 gramo de substancia en 30 minutos, y ésta expresará el poder licuefactor.

b) *Poder diastásico.*—Para determinarlo se vuelve el matracito, que se ha empleado últimamente, al baño y se tiene por media hora a 38°-40°; agréganse 3 cm³ de una solución de hidrato sódico al 10 por 100, se enfría rápidamente y se diluye con agua hasta 200 cm³. En la solución obtenida se determinan volumétricamente los azúcares reductores con el líquido de Fehling, haciendo hervir en cada prueba por 4 minutos, y calculando el resultado como maltosa en los 200 cm³ de solución, es decir por cada 0,4 gr de substancia; de aquí se deduce, mediante proporción, la maltosa correspondiente a 1000 gr de substancia; restando de ésta los azúcares preexistentes en la misma substancia, expresados también en maltosa, resulta la cantidad de maltosa, en gramos, formada en 30 minutos por la acción diastásica de 1000 gr de substancia, y ésta expresará el poder diastásico.

EJEMPLO: Para la solubilización de 5 gr de almidón mediante 0,4 gr de substancia han sido precisos 2 minutos; con la proporción $0{,}4 : 5 = 1 : x$ se tendrá $x = 12{,}5$ para el almidón solubilizado por 1 gr de substancia en

(1) POLLAK: *Ber. der V. Intern. Kongress für angew. Chemie in Berlin* 1903, Vol. III, pág. 581; GALLI y CERADINI: *Rendic. del R. Ist. Lomb. di sc. e lett.* XLV 1912, pág. 546.

2 minutos; y con esta otra $2 : 12{,}5 = 30 : y$ se tendrá $y = 187{,}5$ gr de almidón solubilizados por 1 gr de substancia en 30 minutos (poder licuefactor).

Al cabo de media hora de sacarificación, la valoración Fehling ha dado 2,144 gr de maltosa en los 200 cm^3 de solución; estos corresponden a 0,4 gr de substancia, y de aquí que la maltosa por 1000 gr de substancia resultará de la proporción $0{,}4 : 2{,}144 = 1000 : x$ de donde $x = 5360$. Supuesto que la misma substancia contiene 45 por 100 de azúcares reductores calculados como maltosa, 1000 gr contendrían 450 gr, que restados de x dan 4910 gr de maltosa formados en 30 minutos por la acción de 1000 gr de substancia (poder diastásico).

AZÚCAR INVERTIDO

El análisis de los jarabes de azúcar invertido se reduce ordinariamente a la determinación de los azúcares reductores, que se lleva a cabo con el líquido de Fehling, siguiendo el método ponderal o el volumétrico (V. Métodos generales), y expresando el resultado en azúcar invertido; y a veces a la determinación de la sacarosa, que se hace por inversión.

Productos que contienen azúcar

Entre éstos se comprenden principalmente las confituras, la fruta en almíbar, las mermeladas, los tamarindos, el chocolate, los confites, los bizcochos y las harinas lacteadas, los citratos de magnesia efervescentes, la miel, las leches condensadas, los licores, los vinos dulces. El análisis de algunos de estos productos está tratado en otros diversos capítulos (V. por ejemplo, para la Leche condensada el Cap. Leche y sus derivados; para los licores el Cap. Espíritus y licores; para los vinos dulces el Cap. Vinos); para los demás, se exponen en las páginas que siguen los métodos analíticos que conviene emplear, con especial referencia a la determinación de los azúcares.

CONFITURAS SECAS

Consisten en frutas impregnadas y revestidas de azúcar, preparadas mediante inmersión y cocción en una serie de jarabes cada vez más concentrados. Distínguense principalmente los productos *a la liornesa,* formados por cortezas de cidra y de naranja o de mandarina y otros agrios, que se presentan revestidos de una pátina blanca de azúcar; los *a la portuguesa,* preparados como los precedentes pero con diversas clases de frutos; los *a la parisiense*, o *cristalizados,* que se presentan cubiertos por una capa de azúcar cristalino y brillante.

Además de la determinación de los azúcares, que se lleva a cabo del modo descrito a continuación, pueden convenir en el análi-

sis de tales productos, desde el punto de vista higiénico, la determinación y el examen de las cenizas, y la rebusca de los metales nocivos, de las substancias dulcificantes, antisépticas y colorantes, para las cuales se procede como está indicado más adelante para las mermeladas.

Determinación de los azúcares.—En las frutas confitadas hállase principalmente la sacarosa, además del azúcar invertido, debido en su máxima parte a la inversión de la sacarosa producida durante la preparación de los mismos productos; y de ordinario también glucosa adicionada.

El método que ha de seguirse para la determinación de los azúcares en las frutas confitadas es el siguiente:

a) PREPARACIÓN DE LAS SOLUCIONES.—Tómase un peso determinado de las confituras que hayan de ser analizadas, por ejemplo, 40, 50 ó 100 gr, y se deslíe en un mortero, agregando agua caliente que tenga en suspensión un poco de carbonato de calcio precipitado, para saturar los ácidos orgánicos libres que pueden hallarse presentes. Viértese luego la papilla en un matraz tarado de cuello largo, de 200, 250 ó 500 cm^3, según la cantidad de muestra empleada. Lávase el mortero con agua, que se vierte también en el matraz, hasta llenarlo en los $^3/_4$ aproximadamente de su volumen, y se deja en reposo de un día para otro. Después se agrega poco a poco la solución corriente de acetato básico de plomo, hasta que deje de producir precipitado; se agita bien, se deja en reposo por algún tiempo y se elimina el exceso de plomo agregando una solución saturada de sulfato sódico. Agítase de nuevo viva y prolongadamente y vuelve a dejarse en reposo. Luego se completa exactamente el volumen con agua, y se agrega además una cantidad de agua equivalente al 6 por 100 del peso de las frutas empleadas para la determinación (para compensar el volumen de las substancias insolubles); agítase bien y se filtra con filtro seco.

Del líquido filtrado, se vierten 50 cm^3 en un matraz de 100 cm^3, se agregan 5 cm^3 de ácido clorhídrico de peso específico = 1,10 y se procede a la inversión del modo habitual; después se neutraliza con solución de sosa o potasa cáustica, se completa el volumen de 100 cm^3, y se filtra si es necesario.

b) DETERMINACIÓN DE LA SACAROSA Y DE LOS AZÚCARES REDUCTORES (1).—Determínanse las polarizaciones en el sacarímetro de escala Ventzke, tanto del líquido filtrado no invertido, como del invertido, teniendo en cuenta la temperatura (que preferentemente debe ser próxima a 20°).

De las polarizaciones antes y después de la inversión se deduce

(1) Los cálculos relativos a tales análisis pueden abreviarse usando las tablas expresamente calculadas por N. VACCARONI: *Ann. Lab. chim. Centrale Gabelle*, Vol. VII, 1914, págs. 253 y siguientes.

la sacarosa por ciento s contenida en la substancia analizada, mediante la fórmula de Clerget:

$$s = \frac{26{,}048\,(P - P_1)}{142{,}66 - 0{,}5\,t}$$

siendo P y P_1 las polarizaciones antes y después de la inversión, referidas a 100 gr de substancia en 100 cm³, teniendo en cuenta los signos, y t la temperatura del líquido durante la observación.

De otra parte, en ambos líquidos, no invertido e invertido, se procede a la determinación de los azúcares reductores con el líquido de Fehling, siguiendo el método volumétrico (V. Métodos generales, pág. 154).

Con el resultado de la valoración Fehling antes de la inversión se calculan los azúcares reductores preexistentes, como sigue: si n es la dilución total a que se ha sometido la solución no invertida de g gramos de la substancia en V cm³, antes del tratamiento con el licor de Fehling, y si a es el número de centímetros cúbicos de solución empleados para reducir 10 cm³ del líquido de Fehling (diluídos con 40 de agua), el tanto por ciento r de azúcares reductores preexistentes en la substancia (calculados como azúcar invertido) vendrá dado por la fórmula:

$$r = \frac{5{,}15\,n\,V}{a\,g}$$

Calcúlase luego, con el resultado de la valoración Fehling en el líquido invertido, el tanto por ciento r' de azúcares reductores totales después de la inversión, mediante la fórmula:

$$r' = \frac{5{,}15\,n'\,V}{a'\,g}$$

del todo análoga a la precedente, pero donde n' y a' se refieren a la solución invertida.

Por fin, se comprueba la sacarosa, deduciéndola de los azúcares reductores hallados antes y después de la inversión, según la fórmula:

$$s = 0{,}95\,(r' - r).$$

En cuanto a los azúcares reductores preexistentes, para reconocer si están formados sólo por azúcar invertido, o si existe también glucosa adicionada, basta calcular la rotación que estaría producida por los azúcares reductores totales hallados después de la inversión, si estuvieran formados únicamente por azúcar invertido, recordando que 1 gr de azúcar invertido en 100 cm³ Mohr desvía — 1°,191 Ventzke a 20° C.

Si tal rotación es aproximadamente igual o menos levógira que

la observada en el líquido invertido, existe solamente azúcar invertido; en tal caso, ya que el azúcar invertido preexistente proviene de la inversión de parte de la sacarosa empleada en la fabricación, si se quiere calcular la cantidad total de sacarosa adicionada, habrá que sumar al tanto por ciento de sacarosa hallado, el del azúcar invertido multiplicado por 0,95.

En cambio si la rotación calculada es más levógira que la observada, existe también glucosa; en tal caso para determinar las cantidades de los diversos azúcares presentes se procede como se expone a continuación en *c*.

c) DETERMINACIÓN DE LOS DIVERSOS AZÚCARES EN PRESENCIA DE LA GLUCOSA.—Si la glucosa empleada en la preparación de las confituras fuese pura y estuviese exenta de dextrina, la cantidad de azúcar invertido preexistente y la de glucosa se podrían calcular siguiendo los métodos generales (pág. 163), o bien por las siguientes fórmulas (1):

$$x = \frac{P - \alpha r - 3{,}839\, s}{3{,}048 - \alpha}$$

$$y = r - x$$

en las cuales x e y son los tantos por ciento de dextrosa y de azúcar invertido en la substancia, α la rotación al sacarímetro de 1 gr de azúcar invertido en 100 cm³ de agua en tubo de 20 cm, a la temperatura a que fueron hechas las observaciones ópticas (teniendo en cuenta el signo, es decir, — 1,191 si se observó a 20°), y P, r y s tienen el mismo significado que en las fórmulas precedentes.

Pero hay que advertir que la glucosa comercial, empleada en la preparación de las confituras (de ordinario glucosa líquida), contiene siempre notables cantidades de dextrinas; de aquí que las fórmulas expuestas dejen de ser válidas, a no ser que sólo se apliquen a confirmar la adición de glucosa. La cantidad de este azúcar puede entonces determinarse solamente si se conoce la composición de la glucosa comercial empleada en la preparación de las confituras en análisis, de la cual es por lo tanto indispensable examinar una muestra. Esto se realiza del modo más sencillo y con suficiente aproximación para los casos prácticos, por el procedimiento descrito en el n. 1, y luego los resultados se aplican al análisis de las confituras, procediendo como se expone luego en 2 (2).

1. *Examen de la glucosa.*—Introdúcense 10 gr de glucosa en un matraz de 100 cm³, con agua hasta formar un volumen de unos 50 cm³, se agregan 5 cm³ de ácido clorhídrico de peso específico 1,10

(1) A. BIANCHI y O. SEVERINI: *Ann. Labor. chim. Centrale Gabelle.*, Vol. III, 1897, pág. 146.

(2) G. ARMANI e I. BARBONI: *Ann. Labor. chim. Centrale Gabelle*, Vol. VII, 1914, pág. 1.

y se calienta a 67°-70° por un cuarto de hora, como en la inversión de la sacarosa (para ponerse en las mismas condiciones que en el examen de las confituras); luego se enfría, se neutraliza y se completa el volumen.

En la solución así obtenida se determina la rotación al sacarímetro, en tubo de 20 cm, a temperatura próxima a 20°, y se determinan en ella también los azúcares reductores con el líquido de Fehling, siguiendo el método volumétrico, y calculándolos como glucosa (V. Glucosa, pág. 195). Por fin se divide la polarización (referida a 100 gr de substancia en 100 cm^3) por el tanto por ciento de glucosa hallada y se tiene el llamado *coeficiente de polarización* de la glucosa comercial en examen, es decir la rotación al sacarímetro, en tubo de 20 cm, de una solución que contiene en 100 cm^3 una cantidad de substancia tal que equivalga a 1 gr de glucosa pura.

2. *Examen de las confituras.*—De la solución invertida, preparada como se dijo en *a* (pág. 201), se determina la polarización y el poder reductor. Indicando, como en *b* (pág. 201), con P_1 la polarización después de la inversión, referida a 100 gr de substancia en 100 cm^3, y con r' los azúcares reductores por ciento después de la inversión, los cuales, sin embargo, en este caso deben calcularse no con el coeficiente 0,515 del azúcar invertido, sino con un coeficiente comprendido entre el del azúcar invertido y de la glucosa, que generalmente se puede hacer igual a 0,510; llamando x e y los tantos por ciento de glucosa *pura* y de azúcar invertido, y c el *coeficiente de polarización* de la glucosa comercial empleada, se tendrán las ecuaciones:

$$x + y = r'$$
$$c\,x - 1{,}191\,y = P_1$$

de las cuales se obtiene:

$$y = \frac{cr' - P_1}{c + 1{,}191}$$
$$x = r' - y.$$

Del tanto por ciento y del azúcar invertido se pasa al de la sacarosa total agregada, multiplicando por 0,95; y del tanto por ciento x de glucosa pura se pasa a la glucosa comercial agregada, multiplicando por 100 y dividiendo por el tanto por ciento de glucosa pura contenida en la glucosa comercial empleada.

EJEMPLOS: 1. La solución de 40 gr de confitura en 200 cm^3 de agua da al sacarímetro a 20° y en tubo de 20 cm una rotación de + 33; la misma solución, invertida y diluída hasta doble volumen, da una rotación, en las mismas condiciones, de − 6,7; de aquí que $P = 33 \times 5 = +165$ y $P_1 = -6{,}7 \times 10 = -67$. Los azúcares reductores, hallados con la valoración Fehling y calculados como azúcar invertido, fueron antes de la inversión

1,98 por 100; después de la inversión 49,22 por 100. Aplicando la fórmula de Clerget se obtiene la sacarosa:

$$s = \frac{26{,}048\,(165 + 67)}{132{,}66} = 45{,}55 \text{ por } 100.$$

De los resultados de la valoración Fehling se obtiene también la sacarosa:

$$s = 0{,}95\,(49{,}22 - 1{,}98) = 44{,}88 \text{ por } 100$$

número bastante concordante con el precedente, dada la compleja naturaleza de los productos de que se trata.

La rotación calculada, para 49,22 por 100 de azúcar invertido, sería:

$$-\,49{,}22 \times 1{,}191 = -\,58{,}6$$

y como la observada después de la inversión es — 67, es decir, mas levógira, habrá un exceso de levulosa y por lo tanto queda excluída la adición de glucosa. Y en efecto, aplicando la fórmula que da el tanto por ciento x de dextrosa, se tendrá:

$$x = \frac{+\,165 + 1{,}191 \times 1{,}98 - 3{,}839 \times 45{,}55}{3{,}048 + 1{,}191},$$

que da una cantidad negativa (es decir, ausencia de dextrosa).

2. Debiendo analizarse confituras preparadas con adición de glucosa, se ha examinado una muestra de la glucosa comercial empleada: la solución de 10 gr en 100 cm³ da al sacarímetro, en tubo de 20 cm, a 20°, + 57,2, y de aquí que la rotación de 100 gr en 100 cm³ sea de $57{,}2 \times 10 = +\,572$; con la valoración Fehling se ha hallado 56 por 100 de azúcares reductores (glucosa pura); el coeficiente de polarización será:

$$c = \frac{572}{56} = +\,10{,}21.$$

La solución invertida obtenida de las confituras en examen (40 gr en 200 cm³; 50 cm³ invertidos y diluídos hasta 100 cm³) da una rotación de + 32 y de aquí que $P_1 = +\,320$; con la valoración Fehling en la misma solución invertida se ha hallado 54,20 por 100 de azúcares reductores totales.

Se tendrán las ecuaciones:

$$x + y = 54{,}20$$
$$10{,}21\,x - 1{,}191\,y = 320$$

de las que se obtiene:

$$y = \frac{10{,}21 \times 54{,}20 - 320}{10{,}21 + 1{,}191} = 20{,}47$$

$$x = 54{,}20 - 20{,}47 = 33{,}73.$$

Del tanto por ciento y de azúcar invertido se obtiene el de sacarosa $= 20{,}47 \times 0{,}95 = 19{,}45$. Del tanto por ciento x de glucosa pura se deduce el de glucosa comercial $= 33{,}73 \times \frac{100}{56} = 60{,}28$. Por lo tanto las confituras examinadas contenían:

Sacarosa agregada	19,45 por 100
Glucosa comercial agregada . . .	60,23 »

***

El valor de las confituras depende, no sólo de la calidad de las frutas empleadas y del modo de preparación, sino también y esencialmente de la cantidad de azúcar y de glucosa que contienen. Los productos genuinos no han de estar adicionados de substancias antisépticas y dulcificantes artificiales, ni contener metales nocivos.

FRUTAS EN ALMÍBAR

Son frutas sumergidas en un jarabe de azúcar, que puede estar preparado con sacarosa y con adición o no de glucosa. Deben también considerarse aquí las *Confituras a la marsellesa* o al *julepe*, que consisten en frutas que han sufrido las primeras operaciones del confitado, pero no las últimas y han sido luego sumergidas en un denso jarabe; y las formadas de frutos sin preparación alguna o previamente confitados sumergidos en un jarabe (más raramente en una solución de miel o en mosto concentrado) y a veces adicionadas con un poco de mostaza.

El análisis de estos productos comprende en general las mismas determinaciones que el análisis de las confituras secas; pero hay que hacer algunas advertencias relativas a la determinación de los azúcares.

Determinación de los azúcares.—Para llevarla a cabo hay que tomar pesos de fruta y de jarabe proporcionales a los contenidos en toda la muestra que se debe analizar. A tal objeto, se pesa primero la muestra entera con el recipiente, y luego se vierte sobre un gran embudo, dejando escurrir completamente el jarabe en un matraz; pésase el recipiente vacío, vuelven a ponerse en él las frutas escurridas y se vuelve a pesar; de las pesadas hechas se deduce fácilmente el peso de las frutas y el del jarabe. Para el análisis se toman entonces pesos de fruta y de jarabe correspondientes a la proporción en que están contenidos en la muestra, de modo que formen en conjunto 100 gramos; redúcese todo a papilla con agua caliente que tenga en suspensión un poco de carbonato cálcico y se procede, para lo demás, exactamente como se ha indicado para las confituras secas, calculando la sacarosa y los azúcares reductores (azúcar invertido, glucosa) por 100 de muestra total (fruta más almíbar).

Cuando se quiere conocer la cantidad de azúcar (sacarosa) empleada en la preparación de las frutas almibaradas, hay que restar del azúcar total (azúcar invertido multiplicado por 0,95, más sacarosa) contenido en la muestra en examen, el azúcar natural (calculado también como sacarosa) debido a la cantidad de fruta contenida en la misma muestra. Para hacer esto hay que conocer la riqueza en azúcar de las diversas frutas, lo cual requiere el análisis

de las mismas clases de frutas conservadas en agua, en las mismas condiciones que las almibaradas, pero sin haberles adicionado azúcar.

* * *

Con respecto a las deducciones que se pueden obtener de los resultados analíticos, vale cuanto se ha dicho para las confituras.

MERMELADAS

Las *Mermeladas* o *Conservas de frutas* resultan de pulpa de fruta, cocida con adición de azúcar y a veces también de glucosa. Productos análogos son las *Gelatinas* o *Jaleas de fruta* obtenidas con el zumo y no con la pulpa, y los *Jarabes de fruta* formados por zumos de fruta adicionados de jarabe azucarado sin cocción.

Para el análisis de estos productos pueden convenir las determinaciones y reconocimientos siguientes:

1. **Determinación de los azúcares**. — Pésanse 50 gr de substancia, se deslíen en agua caliente con adición de carbonato de calcio, y se prosigue en un todo como se ha expuesto para las confituras.

2. **Determinación de las substancias insolubles**. — Se aplica generalmente a las mermeladas. Trátanse 25 gr de substancia con unos 150 cm^3 de agua y se calienta al baño maría por media hora agitando a menudo; decántase el líquido sobre un filtro secado a 105° y tarado, se lava el residuo con agua hirviente, pasándolo por último al mismo filtro, y favoreciendo la filtración, si es preciso, con una ligera aspiración; por fin se seca el filtro junto con el residuo insoluble a 105° y se pesa.

El líquido filtrado, diluído hasta un volumen conocido (p. ej. 250 cm^3), se conserva para otras determinaciones.

3. **Déterminación del extracto**. — Evapóranse a sequedad en una cápsula de platino 20 cm^3 de la solución filtrada obtenida en la determinación precedente, y se deseca el residuo en la estufa a 100°-105° hasta peso constante.

Puede también obtenerse indirectamente el extracto con suficiente exactitud determinando el peso específico de la solución y deduciendo de él el tanto por ciento de substancias disueltas (calculadas como sacarosa) mediante las conocidas tablas (p. ej. la usada para el cálculo del extracto en los vinos; V. Cap. Vinos), o bien mediante un sacarómetro (en volumen).

Restando del extracto seco los azúcares (sacarosa más azúcares reductores) resultan las *substancias extractivas no sacarinas* (dextrina, etc.) contenidas en la substancia.

4. **Determinación del agua**. — El tanto por ciento de agua puede determinarse directamente, procediendo como se ha indicado para

los zumos densos y jarabes (pág. 178); o puede deducirse indirectamente, restando de 100 los tantos por ciento de substancias insolubles y de extracto.

5. Determinación de las cenizas.—En una cápsula de platino se secan 5-10 gr de substancia, se carboniza cuidadosamente el residuo con una llama, y se incinera en la mufla al rojo obscuro.

Si las cenizas están en cantidad notable, se procede a su análisis cualitativo para descubrir las substancias minerales que podrían contener (sulfato de bario, yeso, creta, arena, etc.). En las mismas cenizas se buscan también los metales pesados.

6. Reconocimiento de los metales nocivos.—La presencia de estos metales, que pueden provenir ora de los recipientes en que los productos han sido preparados y conservados, ora de colores minerales agregados, ha sido ya, en parte al menos, revelada por el examen de las cenizas. Para una investigación más completa y especialmente para los metales que pueden ser expulsados durante la incineración en forma de compuestos volátiles, se seguirá uno de los conocidos procedimientos de destrucción de las substancias orgánicas, p. ej. con ácido clorhídrico y clorato potásico, examinando el residuo por los métodos habituales del análisis cualitativo.

7. Determinación de la acidez.—Si no existen ácidos volátiles, se verifica esta determinación sobre la solución preparada en el n. 2, valorando un volumen conocido con álcali decinormal en presencia de fenolftaleína, y expresando el resultado en centímetros cúbicos de álcali normal por 100 gr de substancia.

En presencia de cantidades apreciables de ácidos volátiles, conviene en cambio operar sobre otra porción pesada de substancia, que se deslíe en agua fría, diluyendo luego hasta un volumen conocido, tomando una parte alícuota del líquido, decantado o filtrado si conviene con lana de vidrio, y valorándola como queda dicho (*acidez total*). Por otra parte se determina también la *acidez fija* evaporando al baño maría casi a sequedad un volumen conocido de la solución obtenida en el n. 2, tratando el residuo con agua y valorando como precedentemente; y la *acidez volátil* resulta por diferencia entre la acidez total y la fija.

8. Reconocimiento de las materias colorantes orgánicas extrañas.—Búscanse particularmente los colores orgánicos artificiales, según los métodos expuestos para los licores y para los vinos (V. Cap. Espíritus y licores y Cap. Vinos).

9. Reconocimiento de las substancias antisépticas.—Para descubrir estas substancias, y especialmente los ácidos sulfuroso, bórico, salicílico, y el formaldehido, se siguen los métodos indicados para los vinos y para la cerveza (V. los correspondientes capítulos).

10. Reconocimiento de las substancias dulcificantes artificiales.—Procédese como para los licores (V. Cap. Espíritus y licores).

11. Reconocimiento y determinación de la dextrina.—La dextrina se halla sobre todo en los productos que contienen glucosa comercial, y su presencia queda ya demostrada por el elevado poder rotatorio dextrógiro (V. Confituras, Determinación de los azúcares, *c*). Para determinarla se toman 100 cm³ de solución invertida, preparada como para la determinación de los azúcares (n. 1), se tratan como se ha indicado en el artículo Glucosa, n. 4, para transformar la dextrina en glucosa, y se determinan en el líquido resultante los azúcares reductores con el licor de Fehling. La diferencia entre los azúcares reductores ahora hallados y los determinados en la solución invertida, multiplicada por 0,9, da la cantidad de dextrina.

12. Reconocimiento de la gelatina.—Disuélvense en una cápsula de porcelana 20-30 gr de substancia en unos 10 cm³ de agua; precipítase con 100-150 cm³ de alcohol, déjase sedimentar, decántase el líquido, y el precipitado que queda adherido a la cápsula se divide en dos partes. Una de ellas se calienta en un tubo de ensayo con cal viva: en presencia de gelatina se desprende amoníaco. La otra porción se disuelve en agua y se ensaya con solución de ácido pícrico o de tanino, que en presencia de gelatina dan un precipitado.

13. Reconocimiento de la gelosa (agar-agar). — La gelosa contiene generalmente diatomáceas que se pueden aislar y reconocer al microscopio. A tal fin, se hace hervir la substancia con ácido sulfúrico al 5 por 100, se agrega algún cristalito de permanganato potásico, se deja posar y se observa al microscopio la parte insoluble; o bien se somete a la centrifugación la substancia calentada con un poco de ácido clorhídrico, y se observa el depósito. Las diatomáceas propias de la gelosa se reconocen por su aspecto característico: particularmente se encuentra el *Arachnoidiscus japonicus*, de forma circular, con la superficie rayada por estrías radiales muy marcadas.

Algunas clases de gelosa muy puras no contienen diatomáceas; en tal caso se puede reconocer la presencia procediendo así: se precipita con alcohol como en la precedente investigación de la gelatina; el precipitado obtenido se disuelve en 50 cm³ de agua a la ebullición, se agrega agua de cal hasta reacción netamente alcalina, se hierve por dos o tres minutos y se filtra con tela. El líquido filtrado se neutraliza casi completamente con solución de ácido oxálico, se evapora a sequedad al baño maría, y se subdivide el residuo con una varilla de vidrio. Luego, en el caso de existir gelatina, se trata con 2 cm³ de formaldehido y se evapora de nuevo a sequedad. En todo caso, se trata el residuo con 50 cm³ de agua, se hace hervir por algunos minutos y se filtra en caliente en un embudo rodeado de una envoltura por la que circula agua caliente o vapor; evapórase el filtrado hasta 6-8 cm³, y se vierte en un tubo de ensayo; si existía gelosa el líquido se cuaja por enfriamiento en una masa gelatinosa.

14. Examen microscópico.—Se aplica sobre todo a las merme-

ladas, y preferentemente en confrontación con muestras de origen seguro, para caracterizar los elementos anatómicos de las frutas empleadas, y para reconocer si existen elementos de otras frutas, lo cual ocurre especialmente si se trata de productos preparados con residuos y desechos de la preparación de confituras.

***

Las mermeladas y las gelatinas contienen cantidades notables de azúcares (de ordinario 50 a 70 por 100, comprendida, si existe, la dextrina de la glucosa empleada), los cuales constituyen casi la totalidad del extracto seco en las gelatinas, mientras las mermeladas suelen contener notables cantidades de substancias extractivas no sacarinas (hasta 5-6 por 100 y más). Las substancias insolubles están en cantidad sensible en las mermeladas, despreciable en las gelatinas. Las cenizas, en los productos genuinos, varían de ordinario entre 0,2 y 0,4 por 100. La acidez varía según la clase de fruta; pero en general, en los productos no alterados debe ser saturada por pocos centímetros cúbicos de álcali normal por 100 gr y debe resultar enteramente debida a ácidos fijos. Los productos genuinos no deben contener substancias colorantes extrañas, antisépticas y dulcificantes artificiales, ni metales nocivos, y no deben estar adicionados de gelatina o de gelosa.

TAMARINDOS

Los tamarindos del comercio contienen generalmente, además del azúcar natural de los frutos (azúcar invertido), también una cantidad a menudo notable de azúcares adicionados. Su análisis se reduce de ordinario a la determinación de los azúcares, para la cual se procede así:

En una gran cápsula de porcelana se deslíen 100 gr de tamarindos con agua caliente, agregando una cantidad de carbonato de calcio suficiente para neutralizar los ácidos orgánicos; caliéntase al baño maría, y se decanta el líquido sobre un filtro de tela, recibiéndolo en un matraz de 2 litros. Trátase después el residuo insoluble en la misma cápsula, sucesivamente con nuevas cantidades de agua caliente, filtrando cada vez el líquido en el mismo matraz, a través del mismo filtro de tela ya empleado, hasta tener casi 2 litros de solución. Después de haberse asegurado de que haciendo digerir los tamarindos así agotados con más agua ésta ya no reduce el líquido de Fehling, se agrega, en el mismo matraz, acetato básico de plomo hasta que ya no produce precipitado, se agita, se deja algo en reposo, y se precipita el exceso de plomo con sulfato sódico. Dilúyese hasta 2 litros, fíltrase, inviértonse 50 cm^3 del filtrado, diluyéndolos luego hasta 100 cm^3, y se hacen las lecturas polarimétricas y las determinaciones Fehling, antes y después de la inversión, operando y calculando del mismo modo descrito para las confituras. Generalmente se omite la inversión, porque los tamarindos no contienen sacarosa.

CHOCOLATE

El *Chocolate puro* es una mezcla de cacao tostado y pulverizado y azúcar (sacarosa) adicionada en ciertos casos de un exceso de grasa y a veces de pequeñas cantidades de diversas esencias o especias. Prepáranse también *Chocolates feculados*, es decir que además de los componentes mencionados, contienen fécula; análogos productos se preparan con adición de distintas harinas (arroz, avena, castañas, semillas oleaginosas como avellanas, cacahuetes, etc.). A veces a los chocolates de baja calidad se les agrega también cascarilla de cacao pulverizada; alguna rara vez se emplean, en lugar de sacarosa, otros azúcares (glucosa); también se procede a sofisticaciones por adición de dextrina, gomas, gelatina. Hay que tener presente también que el *Chocolate con leche* está preparado con cacao, azúcar y polvo o extracto de leche.

El análisis del chocolate comprende principalmente los ensayos y determinaciones que a continuación se indican. Adviértase que en el caso de chocolates que contengan inclusiones de substancias extrañas (avellanas o almendras enteras, etc., licores), es conveniente separar mecánicamente la capa exterior de chocolate para examinarla por separado de las substancias incluídas (1).

1. **Caracteres externos y organolépticos.**—Obsérvase ante todo el color, la consistencia, la homogeneidad, el olor, el sabor del producto. De estos caracteres se pueden deducir con la práctica útiles indicios respecto a la calidad del producto.

2. **Examen microscópico.**—De algunos gramos del chocolate en examen se elimina la grasa mediante extracción con tetracloruro de carbono, y el azúcar mediante lavado sobre un filtro con un poco de alcohol y después con agua fría. El residuo, bien entremezclado en un mortero, se examina al microscopio, con un aumento de 300-400 diámetros, y preferentemente por confrontación con productos de origen seguro. Con semejante examen se puede descubrir si además de los componentes normales del chocolate puro, existen féculas, harinas diversas de cereales, de castañas (V. la fig. 32 de la lámina IV en el capítulo Harinas), de semillas oleaginosas, de cascarilla de cacao pulverizada.

3. **Determinación del agua.** — En una cápsula plana de porcelana, tarada junto con unos 20 gr de arena silícea gruesa, previamente lavada y calcinada, y con una varilla de vidrio, se pesan 5 gr

(1) Puede ocurrir, sobre todo en el chocolate con licor, que semejante separación no sea posible, y en tal caso se reduce toda la muestra a una masa homogénea, y se procede a su análisis, determinando también el alcohol, mediante destilación previa dilución. El agua se obtiene luego por diferencia entre la pérdida por desecación y el alcohol (en peso) hallado.

de chocolate pulverizado; entremézclase cuidadosamente con la arena mediante la varilla, y se deseca a 100°-105° por 5 a 6 horas.

4. **Determinación de las cenizas.**—En una cápsula de platino se pesan 5 gr de substancia; carbonízase cuidadosamente sobre una llamecita, y se incinera en una mufla al rojo-obscuro.

Si las cenizas son abundantes conviene examinarlas para descubrir las substancias minerales agregadas y los metales nocivos.

5. **Determinación de la substancia grasa.**—Pónense 10 gr de chocolate pulverizado en un dedal de papel de filtro, y se extraen (1) con éter de petróleo ligero o con tetracloruro de carbono neutro (advirtiendo no obstante que este último también disuelve la cafeína).

Para asegurarse de que la grasa extraída está enteramente constituída por manteca de cacao, se pueden determinar sobre ella diversas constantes (V. Tomo I, Cap. Substancias grasas); de ordinario bastan el punto de fusión y el grado refractométrico con el butirorrefractómetro de Zeiss a 40°; en los casos dudosos se podrán determinar también el índice de saponificación, el de yodo, el de Reichert-Meissl, etc.

6. **Determinación de los azúcares.**—En la mayor parte de los casos es la sacarosa el único azúcar que se encuentra en el chocolate; el azúcar invertido, de existir, figura en cantidades despreciables. Por fin, en el chocolate con leche se encuentra lactosa.

a) En presencia *de sólo sacarosa*, para determinar la cantidad, se ponen en un matraz de 100 cm^3, 13,024 gr de chocolate pulverizado y otro tanto en un matraz de 200 cm^3; en ambos matraces se humedece con alcohol la substancia pesada, se agregan 75 cm^3 de agua fría y se abandona por unos tres cuartos de hora, agitando con frecuencia. Transcurrido este tiempo, se completa el volumen (clarificando, si fuese preciso, con acetato de plomo y alúmina gelatinosa), se filtran ambas soluciones por filtros secos y se polarizan.

Para el cálculo, hay que conocer ante todo el volumen v de la substancia insoluble contenida en el medio peso normal, y se obtiene mediante la fórmula:

$$v = 100\,\frac{a - 2\,b}{a - b}$$

en la cual a y b son respectivamente las polarizaciones de las soluciones preparadas en los matracitos de 100 y de 200 cm^3. Establecido así el volumen de la porción insoluble, la verdadera polarización del medio peso normal disuelto en 100 cm^3 vendrá dada por la fórmula:

$$P = a\,\frac{100 - v}{100}.$$

(1) Es particularmente adecuado a esta operación el extractor Marino (*Ann. Labor. chim. Centrale Gabelle*, Vol. VI, 1912, pág. 654).

Por fin, se tendrá el tanto por ciento de sacarosa multiplicando la polarización *P* por 2.

b) En presencia *de glucosa* y si lo hubiere *de azúcar invertido*, después de haber determinado el volumen de las materias insolubles como en *a* se procede al análisis de manera análoga a la descrita para los otros productos azucarados (V. Confituras secas); pero se preparará la solución con las precauciones señaladas en *a*, agregando por encima de la señal un volumen de agua igual al de las substancias insolubles contenidas en el peso de substancia empleado. Determínase la sacarosa por el método de Clerget y los azúcares reductores por el líquido de Fehling, examinando si fuese preciso una muestra de la glucosa empleada en la fabricación.

c) En los chocolates con leche, se determinan la *sacarosa* y la *lactosa* por los métodos expuestos para la leche condensada (pág. 46), teniendo en cuenta el volumen de las materias insolubles determinado también aquí como en *a*.

7. Determinación de la dextrina.—Procédese, cuando conviene, según el método ya indicado para las harinas (pág. 88), operando sobre la substancia desengrasada y seca: se puede utilizar el residuo de la extracción de las substancias grasas, desecado a 100°, pero refiriendo los resultados a la substancia primitiva.

La diferencia entre los azúcares reductores hallados después de la inversión de la dextrina y los hallados en la determinación de los azúcares después de la inversión de la sacarosa, multiplicada por 0,9, da la cantidad de dextrina.

8. Determinación del almidón.—Procédese según el método por inversión, ya descrito para las harinas (pág. 88), empleando 5-10 gr de substancia, de los cuales se elimina primero la grasa mediante extracción con éter de petróleo o con otro disolvente apropiado y los azúcares (y si existen las dextrinas) mediante tratamiento con alcohol al 25 por 100. La glucosa hallada, multiplicada por 0,9, da la cantidad de almidón.

En el caso de chocolates feculados y productos análogos, teniendo presente que solamente una mínima parte (de ordinario 1-2 por 100) del almidón presente está constituída por el contenido en el cacao, se puede en muchos casos con suficiente aproximación deducir de la cantidad de almidón, la de fécula o harina agregada. Así si se trata de fécula, se puede admitir que ésta contiene por término medio unos 80 por 100 de almidón, estando gran parte del resto constituída por humedad.

En el caso de chocolates adicionados de harina de castañas, hay que tener en cuenta la composición de esta harina, que de muchos análisis ha resultado ser la siguiente: humedad 7-11 por 100 (en las harinas torrefactas 5-6 por 100); sacarosa 23-31 por 100 (por término medio 28); azúcares reductores 1-2 por 100; almidón 36-41 por 100 (promedio unos 39) (1). Cuando

(1) Savini G., *Annali di Chim. Appl.*, VI, 1916.

no se tenga a disposición una muestra de la harina de castañas empleada en la preparación del chocolate en examen, se puede admitir un contenido medio de almidón de 39 por 100 en la harina de castañas y de aquí, del almidón hallado en el chocolate, pasar a la cantidad de harina de castañas agregada; de ésta se deduce la sacarosa en ella contenida, y restándola de la sacarosa hallada se tendrá la sacarosa realmente agregada en la preparación.

9. Determinación de los alcaloides.—Sólo raras veces se procede a ella en los chocolates; cuando conviene, se practica así (1): 12 gr de chocolate pulverizado se introducen en un matraz de la capacidad de 500 cm^3; agréganse 70 cm^3 de éter de petróleo ligero, se hace hervir al baño maría por $^1/_4$ de hora y el disolvente se decanta en un filtro pequeño; se repite la operación por otras dos veces.

El matraz con la substancia desengrasada y el filtro se introducen por pocos minutos en la estufa para expulsar el disolvente; introdúcese el filtro en el matraz y se agregan 5 cm^3 de ácido sulfúrico al 10 por 100 y 250 cm^3 de agua. Hiérvese con reflujo por una hora; el contenido se pasa caliente a un matraz tarado de 300 cm^3, lavando con agua caliente y evitando introducir el papel del filtro Déjase enfriar hasta unos 30°, se completa el volumen, se filtra; 250 cm^3 del filtrado (10 gr de substancia) se evaporan en cápsula de porcelana, previa adición de 10 gr de arena fina y un poco de magnesia hasta reacción alcalina.

La evaporación se prolonga hasta consistencia siruposa, de modo análogo a la determinación de la glicerina en los vinos; por último se agrega magnesia en cantidad suficiente (8-10 gr) para obtener una substancia pulverulenta seca que se desprenda bien con una espátula y se pueda pulverizar con la mano de mortero.

La substancia seca así obtenida se pasa a un matraz y se agregan 100 cm^3 de cloroformo. La espátula, la mano de mortero y la cápsula se lavan con 5 cm^3 de agua caliente (en dos veces), que se agregan al cloroformo. Agréganse además 0,25 cm^3 de amoníaco conc. y se hierve con reflujo por $^1/_4$ de hora. El cloroformo se filtra hirviente con filtro de pliegues, evitando que la substancia caiga en el filtro. Agréganse en el matraz otros 100 cm^3 de cloroformo y se repite la operación otras tres veces empleando en suma 500 cm^3 de cloroformo. El conjunto se reúne en un matraz y se destila hasta sequedad al baño maría, expulsando los últimos vestigios de cloroformo teniendo un rato el matraz en la estufa; lávase el residuo con un poco de éter de petróleo (10 cm^3 en dos veces) que se decanta en un filtro pequeño.

Disuélvese el residuo en un poco de agua hirviente, fíltrase con el filtro antes empleado, recogiendo la solución en cápsula de platino tarada; lávase el matraz por tres veces con un poco de agua hirviente, se evapora a sequedad al baño maría, se tiene por una hora

(1) SAVINI G., *l. c.*

en estufa a 100° y se pesa. El peso obtenido multiplicado por 10 da el tanto por ciento de alcaloides (teobromina, un poco de cafeína) contenidos en el chocolate.

10. Investigación de la gelatina.—Trátanse 5 gr de chocolate reducido a polvo con 50 cm^3 de agua hirviente, se agregan 5 cm^3 de una solución de acetato de plomo al 10 por 100, se filtra, y se ensaya el filtrado con algunas gotas de solución acuosa saturada de ácido pícrico: en presencia de gelatina aparece un precipitado amarillo.

11. Determinación del cacao y de la grasa adicionada.—La cantidad de cacao (sin grasa) empleada en la preparación del chocolate se calcula preferentemente, cuando es posible, por diferencia; y de ella, admitiendo un contenido medio de 50 por 100 de grasa en el cacao natural, y habiendo comprobado que la grasa presente está verdaderamente constituída por manteca de cacao, se calcula el cacao natural y la grasa adicionada. En los diversos casos particulares se procede como sigue:

a) En el caso de *chocolate puro*, restando de 100 la suma del agua, del azúcar y de la grasa, se tendrá el tanto por ciento de cacao sin grasa, que multiplicado por dos dará el cacao natural presente; el tanto por ciento de grasa hallada, una vez restada de ella la propia del cacao, dará la grasa agregada.

b) En el caso de los *chocolates feculados*, el cacao sin grasa se tendrá restando de 100 la suma del agua, del azúcar, de la grasa y del almidón; y se calcularán luego como en el caso precedente el cacao natural y la grasa adicionada.

c) En el caso de *chocolates con harina de castañas*, teniendo presente la composición media ya recordada de tal harina (o mejor, habiendo examinado paralelamente una muestra de la harina de castañas empleada) se obtendrán los tantos por ciento de agua (restada la correspondiente a la harina de castañas), sacarosa agregada, grasa y harina de castañas; cuya suma, restada de 100, dará con cierta aproximación el tanto por ciento de cacao sin grasa, y obtenido éste se procederá como en los casos precedentes.

d) En el caso de los *chocolates con leche*, si no se han agregado otras substancias extrañas puede admitirse que el tanto por ciento de caseína es aproximadamente igual al de lactosa hallada y después deducir por diferencia el cacao y la grasa agregada. El cacao sin grasa se obtendrá restando de 100 la suma del agua, del azúcar, de la grasa, de la lactosa multiplicada por 2; luego se procederá al cálculo del cacao natural y de la grasa agregada como en los otros casos.

e) En los casos más complejos, como los de *chocolates con harinas de semillas oleaginosas* o sofisticados con adición de substancias extrañas diversas, no siempre es posible deducir el cacao por diferencia; puede hacerse a veces si se conoce la composición de la harina

de semillas oleaginosas empleada y deduciendo de las constantes de la substancia grasa la cantidad de grasa extraña. Cuando esto no sea posible, se podrá deducir la cantidad de cacao, si bien con escasa aproximación del tanto por ciento de alcaloides hallado, admitiendo que el cacao natural descortezado contiene por término medio 1,5 por 100. Pero el resultado es muy incierto, porque el contenido del cacao en alcaloides varía entre límites relativamente bastante extensos.

***

El chocolate puro contiene de ordinario de una mitad a dos tercios de azúcar, y de una mitad a un tercio de cacao; a menudo se le agrega un ligero exceso de manteca de cacao para facilitar el empaste. En los chocolates feculados o preparados con adición de diversas harinas, la fécula o las harinas pueden hallarse en cantidades muy variables, y a menudo muy notables (hasta 40 por 100 y aun mayores). Un buen chocolate no debe contener más de 3 por 100 de humedad y más de 2,5 por 100 de cenizas; no debe estar adicionado de glucosa, de cáscaras de cacao pulverizadas, de grasas distintas de la manteca de cacao, de dextrina, de gelatina, de substancias minerales.

CONFITES

El análisis de los confites se reduce de ordinario a la determinación del azúcar, que es el principal componente. En algún caso, puede requerirse la rebusca y determinación del almidón y de las substancias minerales extrañas, y el reconocimiento de las substancias colorantes y dulcificantes artificiales, para las cuales se procede por los métodos conocidos ya indicados para otros productos azucarados.

Determinación del azúcar.—Ordinariamente los confites no contienen cantidades notables de substancias insolubles, y por esto para determinar en ellos la sacarosa basta pesar 26,048 gr de la muestra pulverizada, disolverlos en 100 cm^3, con adición si conviene de acetato de plomo, filtrar y polarizar. Si un ensayo cualitativo con el líquido de Fehling demostrase la presencia de azúcares reductores, éstos se podrán determinar por los métodos ya descritos.

Si hay que examinar confites ricos en substancias insolubles, como por ejemplo los que contienen mucho almidón, semillas o almendras, para conocer el volumen de las substancias insolubles, y calcular luego la verdadera polarización, se puede proceder de manera análoga a la descrita para el chocolate, es decir, preparar dos soluciones del peso normal en 100 y en 200 cm^3, y efectuar el cálculo en la forma indicada.

Adviértase también que en el caso de confites que contengan inclusiones de substancias extrañas (semillas enteras, licores, etc.), es a veces conveniente proceder a la separación mecánica de las mismas y examinar por separado el estrato exterior.

***

El valor de los confites depende esencialmente del contenido en azúcar; importa además asegurarse de que no contienen substancias nocivas.

BOLAS DE GOMA

Para la determinación de los azúcares en las bolas de goma y en otros productos azucarados gomosos, se prepara la solución como sigue (1): disuélvense 20 gr de substancia en unos 100 cm^3 de agua caliente en un matraz de 200 cm^3; después de enfriar se agrega poco a poco, agitando, una mezcla de 10 cm^3 de acetato básico de plomo y 70 cm^3 de alcohol de 95°; se deja aproximadamente por una hora en reposo a la temperatura ordinaria, se completa el volumen con agua (teniendo si es preciso en cuenta el volumen de las substancias insolubles) y se filtra. Neutralízanse 100 cm^3 del filtrado con algunas gotas de ácido acético y se evaporan en baño maría hirviente hasta expulsar la mayor parte del alcohol; el residuo se pasa de nuevo a un matraz de 100 cm^3, se agrega una pequeña cantidad de alumbre calcinado para eliminar el exceso de plomo, se completa el volumen y se filtra.

Sobre el líquido filtrado se procede a la determinación de los azúcares con los métodos ordinarios (V. Confituras); claro está que si sólo existe sacarosa basta la polarización

BIZCOCHOS Y HARINAS LACTEADAS

Los *Bizcochos* están constituídos esencialmente por harina y azúcar, a veces con adición de grasa (manteca, etc.) o también de huevos. Las *Harinas lacteadas* contienen, además de la harina y del azúcar, los componentes de la leche; pero a menudo se expenden como harinas lacteadas productos que no contienen los elementos de la leche.

La muestra para el análisis, en el caso de los bizcochos, debe estar preparada tomando, de los diversos tipos y clases de bizcochos que forman la muestra total, cantidades proporcionales a las de que se dispone; pulverizándolas y mezclándolas cuidadosamente.

1. **Examen microscópico.**—Aplícase especialmente al reconocimiento de la naturaleza de la harina empleada (V. Harinas).

2. **Determinación del agua.**—Desécanse 10 gr de substancia pulverizada, pesados en una cápsula de platino, en estufa a 105° hasta peso constante.

3. **Determinación de las cenizas.**—La substancia desecada, obte-

(1) G. Savini: estudio a punto de publicarse (1916)

nida en la determinación precedente, se carboniza con cuidado sobre una llama pequeña, y después se incinera en la mufla al rojo obscuro.

4. **Determinación de la substancia grasa.**—Se procede por extracción con un disolvente apropiado, por ejemplo éter o tetracloruro de carbono (V. Chocolate). De la grasa extraída se determinan luego las constantes necesarias para establecer su naturaleza.

5. **Determinación de los azúcares.**—En los bizcochos se halla las más de las veces solamente sacarosa y los azúcares reductores están en cantidad despreciable; pero en algún caso pueden hallarse también el azúcar invertido y la glucosa. En las verdaderas harinas lacteadas además de la sacarosa existe la lactosa. En los diversos casos se procede como sigue:

a) En presencia *de sólo sacarosa*, para determinarla se pesan 40 gr de la muestra pulverizada, y se amasan con un poco de agua; pásase todo a un matraz de 200 cm^3, agregando agua hasta pocos centímetros cúbicos por debajo del enrase; abandónase por algunas horas, agitando a menudo, clarifícase con acetato de plomo y con un poco de alúmina gelatinosa, elimínase el plomo con sulfato sódico, complétase el volumen, agítase, fíltrase y polarízase.

Como en este caso el volumen de las substancias insolubles es considerable, para tenerlo en debida cuenta se puede proceder de modo análogo al indicado para el chocolate, preparando paralelamente otra solución del mismo peso de substancia, diluída hasta volumen doble (o lo que es lo mismo, 20 gr en 200 cm^3), y polarizando ambas soluciones. De los resultados se deduce el volumen de las substancias insolubles como ya se ha dicho para el chocolate.

Si hay que analizar otras muestras del mismo tipo, puede también evitarse la preparación de la solución doble, determinando por una vez el volumen de las substancias insolubles contenidas en los diversos tipos de bizcochos, y por consiguiente el volumen de agua que se debe agregar en los diversos casos, por encima de la señal, para compensar el volumen de las substancias insolubles. Según diversos experimentos, el volumen de agua que hay que agregar por cada 10 gr de bizcochos sería por término medio, según el contenido aproximado de sacarosa, el siguiente:

Para unos	20 %	de azúcar,	hay que agregar	5,00 cm^3	de agua
»	30 %	»	»	4,50 »	»
»	40 %	»	»	3,75 »	»
»	50 %	»	»	2,25 »	»
»	75 %	»	»	1,75 »	»

b) En presencia de *azúcar invertido* o *glucosa*, una vez determinado como en *a* el volumen de las materias insolubles, y preparada la solución como en el caso precedente, con adición del volumen de agua necesaria por arriba de la marca, se procederá como se ha indicado para las confituras.

c) En presencia de *lactosa*, preparada la solución como arriba, se procederá al análisis con el método descrito para las leches condensadas (pág. 46).

6. Determinación de la dextrina y del almidón.—Se lleva a cabo de modo análogo al indicado para los chocolates.

7. Determinación de las substancias nitrogenadas.—Aplícase el método de Kjeldhal, procediendo como en las harinas.

8. Reconocimiento de las substancias dulcificantes artificiales y de las substancias colorantes.—Estos reconocimientos se llevan a cabo, cuando convienen, por los métodos usuales expuestos en los capítulos Vino; Espíritus y licores, etc.

***

La composición de los bizcochos es variadísima, ya con respecto al contenido en azúcar, ya con respecto a la presencia y a la cantidad y calidad de materias grasas. Las verdaderas harinas lacteadas contienen una cantidad de azúcar variable entre 20 y 60 por 100 (de ordinario 40 aproximadamente) y 4-5 por 100 de grasas (manteca); contienen además lactosa y caseína.

MAZAPÁN

Está formado esencialmente por azúcar y pasta de almendras. Además de la determinación de los azúcares, que se hace como en los bizcochos, y del examen microscópico para reconocer la presencia de otras semillas y de harinas extrañas, hay que buscar en este producto el ácido cianhídrico (de las almendras amargas) y el nitrobenzol (agregado fraudulentamente).

1. Reconocimiento del ácido cianhídrico.—Trátanse 25 gr de substancia con 30 cm^3 de agua y algunas gotas de solución de hidrato potásico, déjase digerir por una hora, acidifícase con ácido sulfúrico, destílase recogiendo los primeros 3 cm^3 de destilado y éste se ensaya con la conocida reacción del azul de Prusia, que se lleva a cabo del siguiente modo:

Al líquido, alcalinizado con potasa, se agregan algunas gotas de solución de sulfato ferroso, y se calienta hasta ebullición; luego se añade un poco de cloruro férrico y se enfría; por fin se acidifica el líquido con ácido clorhídrico: si existe ácido cianhídrico se obtiene un precipitado azul, o bien un líquido teñido de azul verdoso del cual por el reposo se separan copos azules.

2. Reconocimiento del nitrobenzol.—Hácense digerir unos 25 gr de substancia, por algunas horas, con 30 cm^3 de alcohol en frío, se filtra y se diluye al filtrado con un volumen igual de agua; agrégase un poco de polvo de zinc y unos 3 gr de potasa cáustica y se expulsa al baño maría la mayor parte del alcohol. Se decanta el líquido acuoso remanente, se extrae con un volumen igual de éter, se evapora el

extracto etéreo y el residuo se disuelve en 3 cm³ de agua; trátase con algunas gotas de cloroformo y solución alcohólica de potasa y se calienta. En el caso de existir anilina el olor especial de la fenilcarbilamina revelará la presencia en el mazapán del nitrobenzol (esencia artificial de almendras amargas).

CITRATOS DE MAGNESIA

Los llamados *Citratos de magnesia efervescentes* son mezclas constituídas principalmente por azúcar, ácido tartárico y bicarbonato de sodio; a veces contienen también glucosa.

Para la determinación de los azúcares en estos productos se procede así:

En un matraz graduado de 200 cm³ se ponen 40 gr de citrato (o bien 25-30 gr si la muestra escasea), y se agregan con cuidado, poco a poco y agitando unos 100-120 cm³ de agua destilada, evitando una efervescencia demasiado viva. Cuando la substancia está completamente disuelta, se agregan algunas gotas de solución alcohólica de fenolftaleína, y después algunos centímetros cúbicos de solución concentrada de hidrato sódico (no se puede emplear el hidrato potásico), hasta coloración roja; luego se neutraliza con ácido acético diluído, agregándolo gota a gota hasta decoloración del líquido. Añádense 20 cm³ de una solución al 50 por 100 de cloruro cálcico cristalizado (ó 15 cm³ de la misma, si se habían empleado 25-30 gr de citrato), y se calienta por media hora al baño maría hirviente para hacer sedimentar bien el precipitado de tartrato cálcico. Después se ensaya si una ulterior adición de cloruro cálcico produce todavía precipitado, en cuyo caso se agrega una cantidad suficiente para la precipitación completa; y se deja el matraz por unas 12 horas en sitio fresco. Complétase exactamente el volumen con agua, y se agregan 6 cm³ más de agua (o bien 4 cm³ si se han tomado 25-30 gr de citrato), para compensar el volumen ocupado por el precipitado; agítase bien y se filtra a través de un filtro seco y cubierto.

Del filtrado se toman dos porciones de 50 cm³ cada una en dos matraces de 100 cm³; a una de ellas se añade agua hasta completar el volumen; la otra se invierte del modo acostumbrado, se neutraliza y se diluye hasta enrase; y se determina la polarización en una y otra de las soluciones así obtenidas. Hallada así la polarización antes y después de la inversión, se calcula la sacarosa por medio de la fórmula de Clerget. Como comprobación se procede a las determinaciones volumétricas con el licor de Fehling, deduciendo de ellas como de ordinario la sacarosa y los azúcares reductores preexistentes.

MIEL

La *Miel natural*, producida por las abejas, está constituída por una solución acuosa muy concentrada de azúcares (azúcar invertido, generalmente con preponderancia de levulosa, sacarosa) y de pequeñas cantidades de substancias gomosas y dextrínicas, substancias albuminoides, fermentos, cera, ácidos orgánicos, éteres, substancias minerales. Sofistícase muy a menudo principalmente con adición de azúcar invertido, de glucosa, de dextrinas. Además de la miel natural hállase en el comercio la *Miel artificial*, constituída generalmente por azúcar invertido técnico con adición de substancias aromáticas o de miel natural.

El análisis químico de la miel tiene por objeto descubrir si se trata de un producto genuino o artificial, o si ha estado sofisticado. A tal fin se procede a las siguientes investigaciones y determinaciones:

Toma de la muestra. —Para el análisis se necesitan al menos 250 gramos de miel, que deben conservarse en bocal de vidrio con tapón esmerilado. La muestra, antes del análisis, debe remezclarse bien, especialmente si se observa alguna separación, neta o incipiente, del producto en dos estratos, uno superior, líquido, constituído preponderantemente por levulosa, y otro inferior, sólido, menudamente cristalino, formado por dextrosa. Si se debe tomar la muestra de grandes recipientes, también conviene revolver antes con cuidado su contenido y tomar porciones de miel en diferentes puntos, para reunirlas y mezclarlas cuidadosamente.

1. **Caracteres externos y organolépticos.**—De gran importancia práctica es el examen de los caracteres externos de la miel (aspecto, olor, consistencia, sabor). Se observará el color, si es blanco (miel centrifugada) o pardo (miel de coníferas), o con coloraciones intermedias amarillo claras, amarillo obscuras, amarillo verdosas, rojizas; el sabor, si es más o menos marcadamente dulce, con una ligerísima sensación acre (debida a pequeñísimas cantidades de ácidos málico y fórmico). Se observará el aroma, si es agradable y si es el característico de las mieles normales; estos caracteres proporcionarán útiles indicios para la identificación de su origen (distínguese a menudo el aroma de las flores de labiadas, de árboles frutales, de acacias, de rosas, y especialmente el de coníferas).

2. **Examen microscópico.**—Disuélvense 50 gr de miel en unos 150 cm^3 de agua caliente; la solución obtenida se filtra por filtro seco sin pliegues y se recoge en un matraz de 250 cm^3; se lava el filtro con pequeñas cantidades de agua caliente, y después de enfriar se completa el volumen en el matraz y se agita. El líquido se utilizará en las operaciones indicadas en los números 4, 6, 9. Lo que ha

quedado en el filtro, que está generalmente en exigua cantidad, se examina al microscopio, con débil y fuerte aumento, para reconocer la presencia de polen, de gránulos de almidón, residuos de diversos órganos de las abejas, elementos vegetales, etc.

3. Determinación del agua y del extracto.—Unos 2 gr de miel se pesan en cápsula plana de porcelana junto con una varilla de vidrio y 10-20 gr de arena lavada y calcinada. Agréganse 5 cm^3 de agua destilada, revolviendo bien la masa con la varilla, y se pone la cápsula al baño maría hirviente, sin dejar de revolver; cuando esto ya no se puede hacer más que con dificultad, se pasa la cápsula a la estufa de agua, y se tiene en ella hasta constancia de peso. La pesada debe hacerse rápidamente; la pérdida de peso da la cantidad de agua contenida en la miel empleada, y multiplicándola por 50 da la cantidad por ciento.

El tanto por ciento de agua hallado, restado de 100, da el *Extracto seco*, y restando de éste los azúcares totales determinados como se ha dicho en el n. 6, resulta el *Extracto seco no sacarino*.

4. Determinación de la acidez.—50 cm^3 de la solución preparada según el n. 2 se tratan con potasa cáustica decinormal hasta que una gota de la solución deja de enrojecer el papel de tornasol azul. La acidez se expresa ordinariamente en centímetros cúbicos de potasa cáustica normal por 100 gr de miel; a veces se expresa en ácido fórmico; 1 cm^3 de álcali decinormal=0,0046 gr de ácido fórmico.

5. Determinación de las cenizas y de su alcalinidad.—Unos 10 gr de miel se carbonizan cuidadosamente en cápsula de platino con pequeña llama, y luego se incinera en la mufla. Para la determinación de la alcalinidad de las cenizas, se vierten éstas junto con ácido clorhídrico decinormal en exceso, y con agua, en un vaso, y se tiene por un cuarto de hora en baño maría hirviente; déjase enfriar, y se valora el exceso de ácido con potasa cáustica decinormal. La alcalinidad hallada se expresa en centímetros cúbicos de álcali normal, y se refiere a 100 gr de miel.

6. Determinación de los azúcares.—Los azúcares contenidos en la miel están constituídos por cantidades variables de sacarosa y azúcares reductores. Determínanse del siguiente modo:

a) Sacarosa.—En un matraz de 100 cm^3 se vierten 50 cm^3 de la solución preparada en el n. 2, se clarifican del modo habitual con acetato de plomo y sulfato sódico, o bien con alúmina gelatinosa, luego se añade agua hasta enrase y se filtra. El líquido filtrado se polariza en tubo de 20 cm al mismo tiempo que el preparado del modo siguiente:

Otros 50 cm^3 de la misma solución se tratan con 5 cm^3 de ácido clorhídrico de D = 1,10, y se procede como para la inversión de las soluciones azucaradas. Clarificado y diluído hasta los 100 cm^3, se polariza el líquido filtrado, tomando su temperatura.

Mediante la conocida fórmula de Clerget (Métodos generales, pág. 160) se puede, con los datos obtenidos y teniendo en cuenta las diluciones de los líquidos, calcular la cantidad de sacarosa existente en la miel.

b) Azúcares reductores.—En el líquido preparado precedentemente para la polarización antes de la inversión, se determinan los azúcares reductores con el líquido de Fehling (Métodos generales, pág. 154), calculándolos como azúcar invertido.

7. **Reconocimiento de las dextrinas.**—Las polarizaciones de las soluciones de miel antes y después de la inversión, ofrecen ya un criterio para establecer la presencia en la miel de dextrina, e indirectamente de glucosa comercial: si la miel ejerce una fuerte rotación levógira se puede excluir la presencia de dextrinas, pero si la rotación es sólo débilmente levógira, o bien si es dextrógira, convendrá rebuscar las dextrinas, porque existen mieles naturales que se comportan de modo análogo, aun sin contener tales substancias.

Disuélvense 5 gr de miel en 10 cm³ de agua, agréganse 0,5 cm³ de una solución de ácido tánico al 5 por 100, y cuando el líquido está clarificado, se filtra. En una porción del filtrado se vierten 2 gotas de ácido clorhídrico concentrado por cada centímetro cúbico de solución y luego 10 veces su volumen de alcohol absoluto. Si el líquido se enturbia y vuelve lechoso (puede tolerarse un ligero enturbiamiento) se tendrá un indicio de la presencia de dextrinas y por lo tanto de glucosa comercial.

Para confirmar el ensayo, en los casos dudosos, se puede repetir tomando mayor cantidad de miel, 40 gr, en un matraz de 250 cm³ y disolviéndola en 50 cm³ de agua, agregando luego alcohol absoluto hasta la marca, dejando en reposo por dos o tres días, recogiendo el precipitado, y verificando sobre éste las reacciones de la dextrina y la determinación del poder rotatorio para identificarla.

8. **Reacciones cromáticas.**—Las reacciones cromáticas tienen por objeto revelar la presencia en la miel de azúcar invertido técnico, y se basan en las coloraciones que algunas substancias dan con metilfurfurol y oximetilfurfurol, que se hallan en el azúcar invertido técnico, y que se forman, como productos de descomposición de la levulosa, en la inversión de la sacarosa mediante los ácidos. Hay que observar no obstante que en el azúcar invertido obtenido con invertina u otros especiales sistemas, no se hallan tales productos de descomposición, y por lo tanto fallan las reacciones cromáticas.

Las más atendibles reacciones cromáticas son las siguientes:

a) Reacción de Fiehe (1).—Unos 5 gr de miel se revuelven bien en un mortero con éter sulfúrico perfectamente anhidro y puro. Viértese el extracto étereo en una cápsula de porcelana y se hace

(1) *Zeitschr. Unt. Nahr. Genussmittel*, XVI, 1908, pág. 76.

evaporar el éter a la temperatura del ambiente; el residuo se humedece con una solución recién preparada de 1 gr de resorcina en 100 gr de ácido clorhídrico de D = 1,19. Si aparece en seguida una fuerte coloración rojo cereza, que persista durante una hora al menos, existe azúcar invertido técnico; en cambio las coloraciones débiles entre rosa y naranja, y que no son persistentes, son propias de la miel más o menos calentada.

b) Reacción de Jägerschmidt (1).—Revuélvense en un mortero o en una cápsula de porcelana 10 gr de miel con cierta cantidad de acetona purísima; 2 ó 3 cm^3 del extracto se vierten en un tubo de ensayo y se les agrega un volumen igual de ácido clorhídrico concentrado, enfriando la mezcla con un chorro de agua. Si en la miel existe azúcar invertido técnico, se observa en el líquido una hermosa coloración rojo violeta intensa; si la miel es natural, la coloración es ambarina, y al cabo de algún tiempo se vuelve rojiza.

c) Reacción de Armani-Barboni (2).—En una cápsula de porcelana se pesan 2-4 gr de miel y se disuelven en 10 cm^3 de agua destilada. La solución se vierte en un tubo de ensayo y se agrega en seguida 1 cm^3 de solución de acetato de bencidina (bencidina 1 gr; ácido acético concentrado 10 cm^3; agua 30 cm^3). Si la miel es artificial o está constituída por una mezcla de azúcar invertido y miel natural se observa en el líquido una hermosa coloración amarillo de oro, más o menos intensa según la cantidad de azúcar invertido técnico presente en el producto.

9. Reacción de Lund (3).—Básase en la determinación de las substancias albuminoideas precipitables con ácido tánico. 10 cm^3 de la solución preparada en el n. 2 se vierten en una probeta de 50 cm^3 graduada en centímetros cúbicos; agréganse 5 cm^3 de una solución de ácido tánico al 0,5 por 100 y con agua se diluye hasta 40 cm^3. Agítase con cuidado, tápase la probeta con un tapón de corcho y al cabo de 24 horas se lee el volumen del precipitado acumulado en el fondo. En las mieles puras el precipitado oscila entre 1 y 4 cm^3; en las artificiales, o no se produce, o se hallan sólo vestigios.

10. Rebusca de los fermentos diastásicos (4).—Disuélvense 100 gr de miel en 200 cm^3 de agua destilada previamente hervida y enfriada a 45°.

En tubo de ensayo, lavado con agua hervida, se vierten 10 cm^3 de la solución de miel (no filtrada), y luego exactamente 1 cm^3 de una solución al 1 por 100 de almidón soluble recién preparada y lím-

---

(1) *Zeitschr. Unt. Nahr. Genussmittel*, XVII, 1909, pág. 113.
(2) *Ann. Labor. chim. Centrale Gabelle*, Vol. VI, pág. 85.
(3) *Zeitschr. Unt. Nahr. Genussmittel*, XVII, 1909, pág. 128.
(4) *Zeitschr. Unt. Nahr.Genussmittel*, XIX, 1910, pág. 65.

pida (1); se agita bien, y se sumerge el tubo en baño de agua calentada a 45°, dejándolo por 1 hora exacta. Luego se agregan algunas gotas de solución de yodo en yoduro potásico (1 gr de yodo y 2 gr de yoduro en 200 cm^3 de agua) y se observa la coloración que al momento toma el líquido.

Si el color del líquido es algo más obscuro que el de la solución de miel originaria, es decir, de amarillo a amarillo verdoso o pardusco, todo el almidón se ha sacarificado por la presencia en la miel de fermentos diastásicos; en cambio si el líquido se tiñe de azul más o menos subido la sacarificación no se ha realizado, por la ausencia o destrucción de los fermentos diastásicos. Por fin si el color del líquido va del rojo al rojo obscuro o al pardo, podrá indicar una debilitación del poder diastásico que transforma el almidón sólo en dextrinas; esto ocurre en las mieles centrifugadas más o menos calentadas y en las mezclas de miel natural con mieles artificiales. Si los resultados son dudosos hay que repetir el ensayo.

11. Investigación de las substancias colorantes.—La solucion de miel en agua 1 : 3, tratada con un ácido, queda inalterada en el color si no existen substancias colorantes adicionadas; de existir éstas el color se vuelve rojo o rosa más o menos subido.

Las substancias colorantes se revelan también tratando el líquido con algunas gotas de una solución de bisulfato potásico al 10 por 100 y haciendo luego hervir por 10 minutos el líquido en el cual se tienen sumergidos algunos hilos de lana desengrasada. Si después del lavado con agua la lana resulta teñida de amarillo queda demostrada la presencia de un color de alquitrán, que puede ser identificado por su comportamiento con los reactivos, como está indicado en el Cap. Vinos.

* * *

La *Miel genuina* tiene los siguientes caracteres físicos y químicos, y sus sofisticaciones se deducen de las siguientes consideraciones:

Caracteres organolépticos. – Aspecto de una substancia semilíquida, viscosa, de consistencia de jarabe denso; color del blanco, al amarillo, al pardo; sabor dulce y aroma especial.

Examen microscópico.—Puede contener partículas de polen, gránulos de almidón, órganos de las abejas.

Agua.—Oscila entre límites bastante extensos, es decir, entre 8,90 y 21,50 por 100; pero ordinariamente no pasa de 20 por 100, y sólo en casos raros se ha revelado una cantidad de agua superior a 20 por 100. Si se halla más de 22 por 100 de agua, debe deducirse que la miel ha sufrido la adición fraudulenta de agua, o bien que se trata de una de las llamadas mieles no maduras.

Extracto seco no azucarado (no azúcar).—Es generalmente superior a

(1) También se puede emplear el engrudo de almidón preparado como está indicado en la pág. 199.

1,50 por 100; sólo en rarísimos casos resulta inferior a este límite. Si el no azúcar está en cantidad inferior a 1,50 por 100 debe considerarse como muy probable la presencia en la miel de azúcar invertido técnico, de glucosa o de sacarosa, adicionadas fraudulentamente.

Acidez.—No pasa ordinariamente de 5 cm^3 de álcali normal por cada 100 gr; una acidez superior a 5 indica que la miel está en fermentación más o menos avanzada.

Cenizas.—Oscilan entre 0,10-0,35 por 100; pero existen mieles, especialmente italianas, con una cantidad de cenizas inferior a 0,10 por 100, y algunas variedades de miel (miel de coníferas) contienen hasta 0,80 por 100. Aun teniendo en cuenta estas excepciones, un tanto por ciento de cenizas inferior a 0,1 y superior a 0,35 hará sospechar la adulteración con azúcar invertido, con glucosa, con melaza, etc.

Azúcares.—La miel ordinaria contiene hasta 8 por 100 de sacarosa; algunas variedades (miel de coníferas) pueden contener hasta 11 por 100. Cantidades mayores de 8 por 100 en la primera y 11 por 100 en la segunda, denotan generalmente una adición de azúcar; pero hay que tener presente que las abejas alimentadas con azúcar o soluciones azucaradas pueden dar una miel con tanto por ciento de sacarosa superior a los indicados.

Las soluciones de miel son generalmente levógiras, a excepción de las de las variedades indicadas, que son dextrógiras; los azúcares reductores, calculados como azúcar invertido, oscilan entre 70 y 80 por 100; si la miel contiene notable cantidad de sacarosa, los azúcares reductores ascienden a 60-70 por 100.

Dextrinas.—Una fuerte rotación dextrógira después de la inversión, y la reacción positiva de las dextrinas, demuestran su presencia, es decir, que la miel ha sido sofisticada con glucosa comercial líquida, siempre que no se trate de algunos tipos especiales (miel de coníferas).

Reacciones cromáticas. — Un buen elemento de juicio para decidir acerca de la genuinidad de la miel, y precisamente acerca de la adición de azúcar invertido técnico, viene dado por las reacciones cromáticas, cuando éstas resultan *netamente* positivas. La miel natural no da las reacciones cromáticas; si éstas son positivas, deberá concluirse que la miel en examen está constituída o por sólo azúcar invertido técnico o por miel natural a la que fué agregado este azúcar.

Fermentos diastásicos.—En el caso de resultar positivas las reacciones cromáticas se deberá tener en cuenta el resultado de la investigación de los fermentos diastásicos, que debe ser hecha con mucho cuidado. Si la rebusca de los fermentos resultó negativa, es decir si el líquido, en los tubos de reacción tomó color azul con el yodo, el producto, que ha dado las reacciones cromáticas, estará constituído por azúcar invertido técnico. Sin embargo hay que tener presente que en la miel natural fuertemente calentada es negativa la rebusca de los fermentos, y puede dar también las reacciones cromáticas, aunque *no intensamente*. Por otra parte la miel calentada está teñida de pardo más o menos subido y huele a caramelo.

Si se hallaron fermentos, esto es si el líquido en los tubos tomó color amarillo obscuro, rojo o rojo obscuro, y fueron positivas las reacciones cromáticas, el producto estará, con toda probabilidad, constituído por una mezcla de miel natural con azúcar invertido técnico.

Reacción de Lund.—Es positiva con la miel natural; dan un precipitado nulo o casi nulo las mieles artificiales.

En *conclusión* la genuinidad de una miel quedará demostrada por el conjunto de todas las pruebas descritas, y nunca por una sola aunque parezca muy atendible.

CAPÍTULO V

CERVEZA

Con el nombre de *Cerveza* se entiende, en sentido restringido, una bebida débilmente alcohólica, y en estado de ligera fermentación secundaria, proveniente de la fermentación, mediante levadura, de un *mosto* obtenido por infusión del malta de cebada, y aromatizada con lúpulo. Pero hay que advertir que en ciertas cervezas especiales la cebada está substituída, por lo menos en parte, por otros cereales (trigo, arroz, maíz, etc.); y que en algunos casos también se agregan al mosto azúcares (especialmente glucosa). Obsérvese además que el estado de lenta fermentación secundaria no se encuentra en las cervezas que a fin de poderse conservar mejor han sido sometidas a la pastorización.

La cerveza contiene como componentes esenciales, además del agua, del alcohol y del ácido carbónico, una cantidad notable de substancias disueltas, comprendidas bajo el nombre colectivo de substancias extractivas, como principalmente azúcares (maltosa), dextrinas, albuminoides, substancias provenientes del lúpulo, glicerina, ácido succínico, sales orgánicas e inorgánicas varias.

Para formar juicio respecto a una cerveza, además de la observación de los caracteres organolépticos (olor, sabor, color, limpidez, formación de espuma), es necesario determinar la cantidad de sus componentes esenciales, y determinar eventualmente las substancias provenientes de la alteración de la misma cerveza o que pueden haberle sido adicionadas para sofisticarla.

El análisis completo de una cerveza comprende las investigaciones que se describirán en los párrafos siguientes. Para la toma y la conservación de las muestras, se seguirán las normas que a continuación se indican.

Toma de la muestra.—La cantidad de cerveza necesaria para el análisis es aproximadamente de un litro. La muestra se toma de los barriles mediante un sifón bien limpio y seco, o bien practicando en la pared del barril un agujerito suficiente para dar salida a un delgado chorro del líquido. La muestra se debe poner en botellas bien limpias y secas, y a ser posible esterilizadas, que deben cerrarse

inmediatamente con buenos tapones nuevos; es conveniente tener por algunos minutos estos tapones en agua hirviente, y enjugarlos bien antes de usarlos. El análisis debe hacerse lo más rápidamente posible; y en todo caso las muestras deben conservarse, antes del análisis, en lugar fresco y obscuro.

Antes de proceder al análisis de la cerveza, ésta debe, para casi todas las determinaciones (menos para la del anhídrido carbónico), ser privada en todo lo posible del anhídrido carbónico que contiene. A tal fin, se vierte cierta cantidad de la cerveza que haya de ser analizada (unos 400-500 cm^3) en un matraz de la capacidad de un litro al menos; sacúdese durante mucho tiempo fuertemente, teniendo tapado el matraz con la mano, y se deja luego en reposo hasta desaparición de la espuma; repítese la agitación varias veces, hasta que deje de formarse espuma y al agitar no se perciba con la mano ninguna presión en el matraz. En algún caso es útil filtrar por último la cerveza a través de un filtro de pliegues seco.

1. Determinación del peso específico

El peso específico de la cerveza, privada de anhídrido carbónico, se determina a 15° C (respecto al agua a la misma temperatura) mediante el picnómetro o la balanza de Westphal (V. Espíritus).

2. Determinación del alcohol

El alcohol se determina mediante destilación, siguiendo uno de los dos procedimientos a continuación indicados, de los cuales es comúnmente usado el primero, por más cómodo y más rápido.

a) Se *miden* exactamente en un matraz graduado a 15° C, 100 cm^3 de cerveza, de la cual se expulsa primero el anhídrido carbónico; viértense en un matraz de destilación, lavando el matraz graduado con un poco de agua, destílanse al menos los $^2/_3$ del líquido, recogiendo el precipitado en el mismo matraz de 100 cm^3 y completando luego *el volumen* (a la temperatura de 15°) con agua.

Determínase el peso específico del destilado a 15° C mediante el picnómetro o la balanza de Westphal, y se deduce de él, por medio de la tabla para el cálculo del grado alcohólico (Tabla XXI, Capítulo Vino), el alcohol en gramos por 100 cm^3 de cerveza. De este valor, dividiéndolo por el peso específico de la cerveza, se deduce el alcohol por 100 en peso, es decir, el alcohol en gramos por 100 gramos de cerveza (1).

---

(1) Precisamente, el alcohol por ciento en peso se obtiene dividiendo los gramos de alcohol en 100 cm^3 de cerveza por el peso específico de ésta a 15° respecto al agua a 4°. Mas como los pesos específicos han sido determinados respecto

b) En un matraz de destilación tarado se *pesan* exactamente 100 gr de cerveza ya privada del anhídrido carbónico; destílanse al menos $^2/_3$, recogiendo el destilado en un matraz de 100 cm³ previamente tarado; dilúyese el destilado con agua hasta unos 100 cm³, y después exactamente hasta el *peso* de 100 gr.

Determínase el peso específico a 15° C del líquido obtenido, con el picnómetro o con la balanza de Westphal, y se deduce, mediante la tabla arriba indicada, el alcohol por ciento en peso, que expresará el alcohol en gramos por 100 gramos de cerveza.

3. Determinación del extracto

La determinación directa del extracto por pesada del residuo de la evaporación, además de ser muy larga, no siempre da resultados seguros; de aquí que suela hacerse la determinación por vía indirecta, acoplándola con la del alcohol, y siguiendo uno de los dos procedimientos expuestos a continuación, correspondientes respectivamente a los descritos antes para la determinación del alcohol, de los cuales es el primero el comúnmente usado (1).

a) El residuo de la destilación de 100 cm³ de cerveza se pasa, después de haberlo enfriado, a un matraz de 100 cm³ lavando con agua el matraz de destilación, y diluyendo otra vez hasta el *volumen* de 100 cm³. Determínase, a 15°, el peso específico del líquido acuoso así obtenido, con el picnómetro o con la balanza de Westphal, y se deduce de él el extracto en gramos en 100 cm³ de cerveza mediante la tabla para el cálculo del extracto de los vinos (Tabla XXII, en Vino). Este, dividido por el peso específico de la cerveza, da el extracto por ciento en peso, es decir el extracto en gramos por 100 gr de cerveza (V también la nota 1 de la pág. 228).

Obsérvese que los tres pesos específicos de la cerveza (p), del destilado referido al mismo volumen (p') y del residuo referido al volumen (p'') están enlazados muy aproximadamente por la relación:

$$p + 1 = p' + p''$$

De aquí que cuando haya que proceder rápidamente, se pueda reducir la determinación a dos (por ejemplo p' y uno de los otros dos) y deducir de ellos el tercero.

---

al agua a 15°, habría que multiplicar el peso específico de la cerveza por 0,999154 (peso de 1 cm³ de agua a 15°) para tenerlo referido al agua a 4° Pero en la práctica se puede omitir esta corrección sin cometer error sensible.

(1) Hay que advertir que a la temperatura de ebullición, algunas substancias extractivas (albuminoides) pueden insolubilizarse; de aquí que algunos aconsejen emplear, para la determinación del extracto, una porción separada de cerveza, evaporándola lentamente al baño maría a la temperatura de unos 50°, hasta reducir el volumen a la mitad o al tercio, y regenerando con agua el primitivo volumen (método *a*) o el primitivo peso (método *b*). Pero en los casos usuales se puede utilizar, sin sensible error, el residuo de la destilación del alcohol.

b) El residuo de la destilación de 100 gr de cerveza se diluye con agua exactamente hasta el *peso* de 100 gr, se determina, mediante el picnómetro o la balanza de Westphal, el peso específico a 15° C del líquido obtenido, y se deduce el tanto por ciento en peso de extracto en el mismo líquido, que expresa también los gramos de extracto en 100 gr de cerveza. Como en la tabla para el extracto antes señalada, que figura en el Cap. Vino, están indicados solamente los grados de extracto en 100 cm^3, correspondientes al peso específico hallado (1), el tanto por ciento en peso se puede calcular dividiendo aquéllos por el mismo peso específico (2).

También se puede determinar el peso específico del residuo de la destilación a 17°,5 C, deduciendo de él directamente el tanto por ciento en peso, mediante la tabla VIII (Cap. Azúcares), o con la tabla análoga de Balling, a menudo usada en la industria aunque más antigua y menos exacta.

4. Cálculo del grado sacarométrico

El *Grado sacarométrico* de una cerveza es la cantidad de extracto que estaba contenida en el mosto de que la cerveza proviene. Puede deducirse de los resultados de las precedentes determinaciones, tanto en peso (gramos de extracto en 100 gr de mosto) como en volumen (gramos de extracto en 100 cm^3 de mosto) (3).

1. Grado sacarométrico en peso.—Calcúlase exactamente mediante la fórmula:

$$e = \frac{100\,(E + 2{,}0665\,A)}{100 + 1{,}0665\,A}$$

donde E y A indican respectivamente los gramos de extracto y de alcohol en 100 gr de cerveza, y e el grado sacarométrico buscado.

Con aproximación a veces suficiente, el grado sacarométrico en peso viene dado por la fórmula:

$$e = E + 2\,A.$$

En realidad esta última fórmula da resultados más elevados que los de la primera, exacta, y la diferencia aumenta al crecer el grado sacarométrico: puede admitirse, aproximadamente, que tal diferencia es por término medio de 0,1 para cervezas de 10 grados, de 0,15 para 11 grados, de 0,2 para 12 grados, de 0,3 para 13 grados, de 0,4 para 14 grados, de 0,45 para 15 grados, de 0,5 para 16 grados.

---

(1) Existen tablas más completas que contienen otra columna con los tantos por ciento en peso y permiten por lo tanto omitir el cálculo.

(2) Precisamente por el peso específico multiplicado por 0,999154; pero en los casos ordinarios se puede suprimir esta corrección.

(3) Los cálculos relativos al grado sacarométrico, sea en peso, sea en volumen, pueden evitarse usando las tablas especiales publicadas por N. Vaccaroni (*Ann. Labor. Chim. Centrale Gabelle*, Vol. VII, 1914, pág. 293).

2. Grado sacarométrico en volumen.—Dedúcese exactamente del grado sacarométrico en peso (obtenido con la fórmula exacta antes señalada), multiplicándolo por el peso específico correspondiente al mismo grado (es decir por el peso específico de una solución azucarada de concentración igual al grado en peso hallado). Para expresar el grado en volumen hay que establecer la temperatura a que se ha referido: generalmente se adopta la de 17°,5 C (1), y el peso específico a esta temperatura correspondiente al grado en peso hallado se toma de la tabla VIII (Cap. Azúcares) (2).

Con aproximación a veces suficiente, el grado sacarométrico en volumen viene dado por la fórmula:

$$e' = E' + 2\,A'$$

siendo E' y A' respectivamente los grados de extracto y de alcohol en 100 cm³ de cerveza, y e' el grado sacarométrico en volumen, es decir, los gramos de extracto en 100 cm³ de mosto.

En realidad, el grado en volumen calculado con esta fórmula aproximada es algo inferior al calculado exactamente a 17°,5 C; la diferencia en menos, en los casos usuales, es aproximadamente de 0,2.

5. Cálculo del grado de fermentación

Entiéndese por *Grado de fermentación* de una cerveza el tanto por ciento del extracto primitivo que ya ha sufrido la fermentación. Admitiendo que la diferencia entre el grado sacarométrico en peso del mosto e, y el tanto por ciento en peso de extracto en la cerveza E, diferencia a que se da el nombre de *atenuación*, represente la parte del extracto primitivo de 100 gr de mosto que ha fermentado (lo que sólo es verdad aproximadamente, porque de 100 gr de mosto se obtienen menos de 100 gr de cerveza), el grado de fermentación F puede calcularse mediante la fórmula:

$$F = 100\,\frac{e - E}{e} = 100\left(1 - \frac{E}{e}\right)$$

---

(1) A la temperatura de 17°,5 están de ordinario graduados los sacarómetros, así en peso como en volumen, empleados en las fábricas de cerveza para conocer directamente el grado sacarométrico del mosto antes de la fermentación. A este respecto hay que advertir que los sacarómetros graduados para las soluciones de azúcar marcan en los mostos de cerveza de igual peso específico un grado levemente mayor que el verdadero (aproximadamente 0,2 de más para los sacarómetros de dimensiones medias), a causa de la diversa constante de capilaridad de los dos líquidos: hay que tener esto en cuenta cuando no se usan para los mostos sacarómetros especiales graduados expresamente para estos líquidos teniendo en cuenta la diferencia señalada. Véase G. Rossi. *Ann. Labor. Chim. Centrale Gabelle*, Vol. VII, 1914, pág. 27.

(2) Precisamente, para calcular el grado en volumen a 17°,5 se debería multiplicar el grado en peso por el peso específico correspondiente a 17°,5 referido al agua a 4°: véase Cap. Azúcares, Métodos generales, 1. Método areométrico n. 2 *b*.

6. Determinación y examen de las cenizas

Evapóranse en una cápsula de platino 25 ó 50 cm^3 de cerveza al baño maría, y luego se carboniza con cuidado el residuo seco, sobre una llama pequeña, se incinera lentamente al rojo obscuro y se pesa: del peso hallado se deducen las cenizas por 100 cm^3 de cerveza. A veces se refieren también las cenizas al extracto originario, calculando las cenizas respecto a 100 del grado sacarométrico.

En las cenizas obtenidas se determina la *alcalinidad*, disolviéndolas en 10-15 cm^3 de ácido sulfúrico decinormal, calentando, dejando enfriar, y valorando después el exceso de ácido con hidrato sódico decinormal. La alcalinidad se expresa en centímetros cúbicos de ácido normal por 100 cm^3 de cerveza.

A veces conviene determinar el *cloro* y los *ácidos sulfúrico* y *fosfórico* en las cenizas. En tal caso es conveniente evaporar otra porción de cerveza con adición de un poco de carbonato sódico y de nitro: el residuo seco se incinera, se tratan las cenizas con ácido nítrico (evaporando dos o tres veces con ácido nítrico en el caso de la determinación del ácido fosfórico), y se aplican luego los usuales métodos del análisis mineral. Los resultados se expresan en Cl, SO_3 y P_2O_5 por 100 de cenizas, o bien en 100 cm^3 de cerveza; a veces el anhídrido fosfórico se refiere también a 100 del grado sacarométrico (extracto originario).

7. Determinación de la acidez

La acidez de la cerveza es debida en parte a diversos ácidos orgánicos (especialmente láctico), en parte a fosfatos ácidos, y especialmente en las cervezas mal conservadas, a ácidos volátiles (ácido acético). Por esto se determina comúnmente la acidez total y si es preciso la acidez volátil separadamente de la fija.

1. **Acidez total.**—Caliéntanse 50 ó 100 cm^3 de cerveza, ya privados mediante agitación de la mayor parte del anhídrido carbónico, por media hora a unos 40° para eliminarlo completamente, y luego se valoran con hidrato sódico decinormal, usando como indicador el papel de tornasol neutro, al toque, o mejor la fenolftaleína. En este último caso conviene agregar un ligero exceso de solución alcalina, y luego ácido sulfúrico decinormal hasta desaparición del color rojo. Pero si el líquido es de color demasiado subido para apreciar bien el paso, se procede así: a 20 cm^3 de agua destilada previamente hervida se agregan 10-12 gotas de solución alcohólica de fenolftaleína y 0,2 cm^3 de hidrato sódico decinormal; al líquido que se haya de valorar se agrega poco a poco el álcali decinormal, y después de cada adición se ensaya el líquido vertiendo 6 gotas sobre una gota del

indicador preparado del modo descrito, colocada sobre una placa de porcelana con hoyos; la valoración se da por terminada cuando el indicador deja de decolorarse. La acidez se suele expresar en ácido láctico por 100 cm^3 (1 cm^3 de álcali decinormal = 0,009 de ácido láctico); pero a veces se indican los centímetros cúbicos de álcali normal necesarios para saturar 100 cm^3 de cerveza.

2. **Acidez volátil.**—Destílanse en corriente de vapor acuoso 50 ó 100 cm^3 de cerveza privada del anhídrido carbónico y adicionada de un poco de tanino, hasta que el destilado no sea ácido (de ordinario es preciso recoger 100 a 200 cm^3), y se valora el destilado con álcali decinormal en presencia de fenolftaleína, expresando el resultado en ácido acético por 100 cm^3 (1 cm^3 de álcali decinormal = 0,006 gr de ácido acético).

3. **Acidez fija.**—Se calcula por diferencia entre los centímetros cúbicos de álcali decinormal empleados para neutralizar 100 cm^3 de cerveza y los empleados para neutralizar el destilado de 100 cm^3 de la misma cerveza; y se expresa en ácido láctico por 100 cm^3 de cerveza.

8. Determinación del anhídrido carbónico

La determinación del anhídrido carbónico en la cerveza no es de ordinario necesaria, porque los caracteres externos y organolépticos de la misma cerveza bastan en general para reconocer si el anhídrido carbónico está contenido en suficiente cantidad. Cuando conviene efectuar una determinación, para que ésta dé resultados atendibles, es necesario asegurarse de que la cerveza no pierda anhídrido carbónico al extraerla de los recipientes en que está conservada; a tal objeto es conveniente enfriar bien los recipientes antes de abrirlos, o mejor hacer uso de especiales aparatos automáticos de extracción, mediante los cuales se hace pasar directamente la cerveza de los barriles o de las botellas al matraz que sirve para la determinación, sin que el anhídrido carbónico pueda desprenderse.

Para la determinación se procede así: En un matraz tarado, de 1 litro aproximadamente de capacidad, se ponen unos 300 cm^3 de cerveza, se pesa de nuevo y se cierra el matraz con un tapón de dos orificios: por uno de estos pasa un tubo que se hunde en el líquido y comunica con el exterior mediante un tubo que contiene sal sodada, por el otro orificio pasa un refrigerante ascendente, enlazado por su extremo superior a un tubo de cloruro de calcio, luego a un aparato de bolas con ácido sulfúrico, y después a un aparato de potasa tarado, al que se hace seguir otro tubo de cloruro cálcico. Se calienta la cerveza, primero moderadamente, después hasta ebullición, hasta haber expulsado todo el ácido carbónico; al fin se enlaza el segundo tubo de cloruro de calcio a un aspirador, y se hace pasar por la cerveza una corriente de aire durante algunos minutos. Al fin se vuelve

a pesar el aparato de potasa: el aumento de peso representa el anhídrido carbónico que estaba contenido en la cantidad de cerveza empleada.

9. Determinación de la glicerina

Se emplean 50 cm^3 de cerveza, previamente privada del anhídrido carbónico, y procediendo por el mismo método descrito para los vinos dulces (V. Cap. Vino). El resultado se refiere a 100 cm^3 de cerveza; también se calcula la glicerina por 100 de alcohol (en peso).

10. Determinación de la maltosa

La cerveza contiene, además de la maltosa, pequeñas cantidades de otras substancias reductoras; pero éstas se suelen determinar en conjunto, calculándolas todas como maltosa. A tal fin, se diluye convenientemente la cerveza, privada del anhídrido carbónico (de ordinario basta diluir 25 cm^3 hasta 100 cm^3) y se procede a la determinación con el licor de Fehling, siguiendo el método ponderal o el volumétrico.

a) Por el método ponderal, se emplean 25 cm^3 de la cerveza diluída como se ha dicho antes, procediendo como está indicado en el Cap. Azúcares (V. Azúcares, Métodos generales, págs. 150 y 152). Para el cálculo se hace uso de la tabla XVI (pág. 154). Para referir la maltosa hallada a 100 cm^3 de cerveza, si ésta se diluyó hasta 4 veces su volumen, basta multiplicar el número dado por la tabla, y reducido a gramos, por 16.

b) Para el método volumétrico, se siguen las indicaciones dadas en el Cap. Azúcares (pág. 154).

11. Determinación de la dextrina

Procédese del siguiente modo: Trátanse 50 cm^3 de cerveza con 15 cm^3 de ácido clorhídrico de peso específico 1,125, dilúyese hasta 200 cm^3 y se calienta por dos horas en baño maría hirviente, en un matraz con el tapón atravesado por un largo tubo ascendente. Enfríase, neutralízase exactamente con sosa cáustica y se diluye con agua hasta 250 cm^3, o hasta 300 cm^3 si se trata de una cerveza rica en extracto. Empléanse 25 cm^3 del líquido así obtenido para la determinación de la glucosa formada por la inversión, procediendo por el método ya descrito (V. Azúcares, págs. 149 y 152). Mediante la tabla XIV (pág. 153) se calcula la glucosa. Multiplicando el número dado por la tabla (expresado en gramos), por 20 o por 24 según se haya diluído hasta 250 o hasta 300 cm^3, resulta la glucosa por 100 cm^3 de cerveza. Pero como una parte de la glucosa hallada pro-

viene de la inversión de la maltosa, hay que restar de la glucosa hallada del modo antes descrito, la proveniente de la inversión de la maltosa (que es igual a la maltosa hallada en 100 cm^3 con la determinación precedente, multiplicada por 1,053). La diferencia multiplicada por 0,9 representa la dextrina en 100 cm^3 de cerveza.

12. Determinación de las substancias nitrogenadas

Se hace sobre 25 ó 50 cm^3 de cerveza, después de haberlos evaporado casi a sequedad, siguiendo el método de Kjeldahl (tomo I, pág. 166). Si se trata de una cerveza rica en extracto, es conveniente hacerla fermentar mediante una pequeñísima cantidad de levadura, para evitar la formación de espuma cuando se agrega, siguiendo el método Kjeldhal, el ácido sulfúrico. El nitrógeno hallado por 100 cm^3 se calcula como substancias albuminoideas, multiplicándolo por 6,25.

A menudo se indica también el nitrógeno por 100 de extracto, o por 100 de extracto originario (grado sacarométrico).

13. Reconocimiento y determinación de las substancias antisépticas

Las substancias antisépticas que más a menudo pueden hallarse en la cerveza, se pueden descubrir, y a ser preciso, determinar, por el método que a continuación se describe:

1. **Acido sulfuroso.**—Para determinarlo, se destilan en corriente de anhídrido carbónico, 200 cm^3 de cerveza aciduiada con 5 cm^3 de ácido fosfórico siruposo, recogiendo unos 100 cm^3 de destilado en 50 cm^3 de solución de yodo (5 gr de yodo y 7,5 gr de yoduro potásico en 1 litro de agua). Terminada la destilación, se acidula el destilado con ácido clorhídrico, se expulsa por ebullición el exceso de yodo y se precipita con cloruro de bario el ácido sulfúrico que se haya formado. De hallarse más que indicios de sulfatos, la cerveza habría sido adicionada de sulfitos o de ácido sulfuroso; en tal caso se recoge y se pesa (por el procedimiento usual) el sulfato de bario, y su peso, multiplicado por 1,372, da el peso de SO_2 por litro de cerveza.

En vez de hacer la determinación ponderal antes descrita, se puede recoger el destilado en un volumen conocido de solución $^1/_{10}$ normal de yodo, en la cual se valora luego el exceso de yodo con el hiposulfito (V. Cap. Vino, n. 20, 1), refiriendo el SO_2 hallado a 1 litro de cerveza.

2. **Acido bórico.**—Para descubrir cualitativamente el ácido bórico en una cerveza, se evaporan a sequedad 100 cm^3 netamente alcalinizados con carbonato sódico, y se incinera el residuo seco obtenido. Disuélvense las cenizas en un poco de ácido clorhídrico, y se moja en esta solución una tira de papel de cúrcuma o mejor de

papel a la curcumina (1), que luego se deseca a 100° sobre un vidrio de reloj: si existe ácido bórico, el papel se vuelve rojo, y humedeciéndolo luego con solución de carbonato sódico pasa a azul.

Para la determinación cuantitativa del ácido bórico, se sigue el método colorimétrico descrito en el Cap. Vino (n. 20, 3).

3. **Acido oxálico**.—10 ó 20 cm³ de cerveza se acidulan con ácido acético y se les agrega cloruro de calcio: un precipitado blanco indica la presencia de ácido oxálico.

4. **Acido salicílico**.—En un separador con llave se acidulan 100 cm³ de cerveza con 5 cm³ de ácido sulfúrico diluído, se extrae un par de veces con 50 cm³ de una mezcla de volúmenes iguales de éter y éter de petróleo, agregando algunas gotas de alcohol para facilitar la clarificación del disolvente; los líquidos etéreos separados se filtran en un matraz se destila al baño maría el disolvente hasta pequeño volumen, luego se vierten en el matraz, caliente todavía, 4 ó 5 cm³ de agua, y agitando, algunas gotas de solución diluída de cloruro férrico. Filtrase el líquido por un filtro mojado, y si el filtrado es de color violeta, se deduce la existencia del ácido salicílico.

Pero hay que advertir que tal reacción puede provenir también del maltol contenido en los maltas tostados. En tal caso, si se produce la reacción con el cloruro férrico, es conveniente tratar una parte de la solución acuosa del residuo de la evaporación del extracto etéreo con el reactivo de Millon (2): Si existe ácido salicílico, aparece una coloración roja; de no suceder así, la reacción precedente hay que atribuirla al maltol.

5. **Acido benzoico**.—Para revelar la presencia del ácido benzoico, se evaporan a sequedad 250 a 500 cm³ de cerveza, alcalinizados con agua de barita y mezclados con unos 50 gr de arena; el residuo se trata en un mortero repetidamente con alcohol y un poco de ácido sulfúrico diluído. El líquido alcohólico, decantado o filtrado, se alcaliniza de nuevo con barita, se destila el alcohol, se acidifica el residuo siruposo con ácido sulfúrico y se extrae con éter. Evaporado el éter, se busca en el extracto etéreo el ácido benzoico con las reacciones siguientes:

a) Una porción de extracto etéreo se disuelve en un poco de agua, se agrega una gota de solución de cloruro férrico al 2,5 por 100 y una gota de agua oxigenada al 0,3 por 100: calentando al baño maría se obtiene, en presencia de ácido benzoico, una coloración violeta debida al ácido salicílico formado.

---

(1) Para la preparación de este papel véase la nota de la pág. 10 en el Cap. Carnes.

(2) El reactivo de Millon se prepara disolviendo 1 parte de mercurio en 1 parte de ácido nítrico de peso específico 1,41, primero en frío y luego a suave calor, diluyendo la solución obtenida con el doble volumen de agua, dejando posar y decantando el líquido límpido.

b) Otra porción del extracto etéreo se disuelve, sobre un vidrio de reloj, en algunas gotas de hidrato sódico, se acidifica, se agrega un gránulo de amalgama de sodio y se cubre con otro vidrio; terminado el desprendimiento de hidrógeno se descubre y si había ácido benzoico, se percibe el olor característico del aldehido benzoico.

6. Formaldehido.—Destílanse 100 cm³ de cerveza, recogiendo los primeros 20-25 cm³ del destilado, en el cual se busca el formaldehido con las reacciones siguientes:

a) Se tratan unos 15 cm³ del destilado con 1 cm³ de solución acuosa de clorhidrato de fenilhidracina al 4 por 100; se agregan 3 ó 4 gotas de una solución recentísima de nitroprusiato sódico al 0,5 por 100, y se alcaliniza con sosa cáustica concentrada: en presencia de formaldehido aparece una intensa coloración azul, que con el tiempo, y especialmente calentando, pasa al rojo (1).

b) Se tratan unos 10 cm³ del destilado con un poco de peptona (aproximadamente 0,1 gr) y luego se agrega una gota de cloruro férrico al 5 por 100 y 10 cm³ de ácido sulfurico concentrado si existe formaldehido aparece entre uno y otro estrato un anillo violeta obscuro.

7. Fluoruros.—Alcalinízanse débilmente con carbonato amónico 100 cm³ de cerveza y se precipitan a la ebullición con 2-3 cm³ de cloruro de calcio al 10 por 100 (o bien con hidrato de calcio o con acetato de bario); hiérvese durante otros 5 minutos, se filtra, se lava y se seca el filtro; calcínase ligeramente el precipitado, junto con el filtro, en un crisol de platino. Después de frío se agrega 1 cm³ de ácido sulfúrico concentrado, se cubre en seguida el crisol con un vidrio de reloj con la cara convexa parafinada y en la que se ha grabado algun trazo con una punta de madera dura, para dejar el vidrio al descubierto, y se calienta durante una hora aproximadamente sobre una plancha de amianto o sobre un ladrillo refractario, enfriando al mismo tiempo superiormente el vidrio de reloj con terroncitos de hielo a fin de que la parafina no llegue a fundirse, y cuidando de absorber de vez en cuando con papel secante el agua proveniente de la fusión del hielo. Por fin se toma el vidrio de reloj, se elimina cuidadosamente la parafina, y se observa si el vidrio aparece atacado en los puntos que no estaban protegidos por aquélla. Una corrosión muy leve puede manifestarse dirigiendo el aliento al vidrio después de haberlo limpiado y enjugado perfectamente.

14. Reconocimiento de las substancias dulcificantes artificiales

Se procede del mismo modo expuesto para los licores (V. el correspondiente capítulo).

---

(1) Rimini: *Annali di Farmacoterapia e Chimica*, 1898, n. 3.

15. Reconocimiento de las substancias amargas extrañas

Las substancias amargas que han sido señaladas como substitutivas del lúpulo son numerosas; pero en la práctica su adición rara vez se verifica. El método completo de revelar estas substancias amargas es largo y complicado, y no siempre da resultados exactos; de aquí que se remita al lector a los trabajos especiales sobre tal asunto (1). Un ensayo sumario, pero suficiente en muchos casos, se verifica así: Evapóranse 100 cm^3 de cerveza hasta mitad de volumen y se tratan con acetato básico de plomo, hasta que una nueva adición de reactivo deja de producir precipitado; se filtra; en el filtrado se precipita el exceso de plomo con sulfato de amonio y se filtra de nuevo: si este segundo filtrado tiene sabor netamente amargo, se tendrá un indicio de la presencia de substancias amargas extrañas.

16. Reconocimiento de los metales nocivos

La cerveza puede contener metales nocivos, provenientes de los recipientes y aparatos empleados en la fabricación, y a veces de impurezas de las primeras materias: como plomo, cobre, estaño, zinc, hierro (que comunica a la cerveza un sabor desagradable); en algún caso ha sido hallado también el arsénico (proveniente de impurezas de la glucosa adicionada al mosto).

Para el reconocimiento completo y seguro de estos metales se evapora una cantidad suficiente de cerveza hasta consistencia siruposa, se trata el residuo con ácido clorhídrico concentrado, y se calienta agregando por pequeñas porciones clorato potásico para oxidar las substancias orgánicas, se hace hervir para eliminar el exceso de cloro y se procede luego a la investigación de los metales por los métodos comunes del análisis general.

17. Reconocimiento de la pastorización

Para reconocer si una cerveza ha sido pastorizada se procede por el siguiente método, fundado en que las invertasas contenidas en la cerveza, se vuelven inactivas o disminuyen notablemente de actividad a causa de la pastorización.

Caliéntanse a la ebullición 20 cm^3 de cerveza y después de enfriar se agregan 20 cm^3 de una solución de sacarosa al 20 por 100; al

---

(1) Dragendorff: *Zeitschr. anal. Chem.*, XXI, 1882, pág. 137; *Die gerichl. chem. Ermittelung von Gifte*, 4.ª ed., 1895. Kubicki: *Pharm. Zeitschr. für Russland*, 1873, pág. 449; *Zeitschr. anal. Chem.*, XIII, 1874, pág. 67. Véase también König, *Chemie der menschl. Nahr. u. Genussmittel*, 4.ª ed., III (1910), pág. 302; Gerard y Bonn: *Traité prat. d'analyse des Denrées alim.*, París, 1908, pág. 75; Allen's *Commercial organic analysis*, 4.ª ed., I (1909), pág. 161.

mismo tiempo se adicionan otros 20 cm³ de cerveza con la misma cantidad de solución de sacarosa sin calentar a la ebullición. Abandónanse los dos líquidos a la temperatura ordinaria por 24 horas, luego se tratan con sendos 0,5 cm³ de acetato básico de plomo, se diluyen con agua hasta 50 cm³, se filtran y se polarizan al sacarímetro. Si las dos polarizaciones son notablemente diferentes, la cerveza no estaba pastorizada; pero si las dos rotaciones son sensiblemente iguales, la cerveza había sufrido la pastorización.

18. Examen microscópico

Este examen, al cual se somete de ordinario solamente el poso dejado por las cervezas turbias, permite reconocer:

a) La levadura normal, formada por células redondas o ligeramente ovales;

b) Las levaduras selváticas, formadas por células más oblongas;

c) Las bacterias, especialmente sarcinas (micrococos reunidos en grupos de a 4), bacterias de la fermentación acética y láctica, etc.;

d) El almidón y la dextrina, cuyos gránulos hinchados y deformados se reconocen mejor mediante el yodo;

e) Las substancias albuminoides, que forman copos solubles en los álcalis;

f) Las substancias resinosas, que en el microscopio aparecen formadas por granulaciones amarillas o pardas, las cuales se tiñen de rojo con la orchilla y son solubles en los álcalis y en el alcohol.

Nótese que a menudo la turbiedad de las cervezas depende de la presencia de metales extraños (especialmente estaño) en estado de albuminatos; para la investigación de estos metales V. n. 16.

***

La *Cerveza*, para poder ser reconocida como *genuina*, debe haber sido preparada solamente con malta de cebada (o en parte alguna vez de otros cereales), lúpulo, agua y levadura. En algunos países se admite también el empleo de sucedáneos sacarinos del malta (azúcar, glucosa); pero no es admisible la adición de glicerina, ni de alcohol. La cerveza no debe estar adicionada de substancias antisépticas, substancias dulcificantes artificiales, substancias amargas extrañas, y no debe contener metales nocivos; no debe estar agria ni de ninguna otra suerte alterada, ni debe haber sido tratada con substancias neutralizantes para enmascarar el agriado. En cambio se admite en la práctica la pastorización para asegurar la conservabilidad de la cerveza, especialmente de la embotellada, y sobre todo cuando debe ser expedida a lugares lejanos (1).

(1) El *Reglamento general sanitario* italiano aprobado por R. D. de 3 de febrero de 1901, n. 45, en su artículo 121 prohibe la fabricación y expendición de cerveza preparada con materias distintas del malta de cebada o de otros cereales, el lúpulo, la levadura, teñida con materias distintas del malta tostado, y adicionada de substancias extrañas o nocivas (como sulfitos, ácido salicílico, bórico, oxálico, glicerina) para favorecer la conservación o para otros fines.

Para reconocer si una cerveza es genuina, y para asegurarse de que no está adicionada de substancias extrañas ni alterada, se atenderá a los caracteres indicados a continuación:

Caracteres organolépticos.—Una buena cerveza ha de estar límpida o ligeramente opalina; puede tolerarse una ligera turbiedad, si es debida a pequeñas cantidades de substancias albuminoides (como la que se manifiesta algunas veces por excesivo enfriamiento y desaparece luego a temperatura más elevada), de substancias amiláceas o dextrina, de materias resinosas del lúpulo, de levadura normal (mientras el grado de fermentación de la cerveza no sea muy bajo); pero deben rechazarse en absoluto las cervezas enturbiadas por materias albuminoides o amiláceas en cantidad notable, y sobre todo por levaduras selváticas y bacterias, cuya presencia va ordinariamente acompañada de mal sabor o acidez de la cerveza.

La cerveza debe tener olor y sabor agradables y normales; vertida, debe formar en la superficie una espuma voluminosa y persistente. El color de la cerveza varía del amarillo pajizo al pardo y es un carácter esencial para distinguir entre sí los diversos tipos de cerveza.

Peso específico.—El peso específico de la cerveza es poco superior a 1; en los casos más comunes está comprendido entre 1,01 y 1,02, pero puede ser en algún caso inferior a 1,01, o llegar a 1,03.

Grado alcohólico.—Varía en general entre 2 y 6 por 100 en peso, y en los tipos más comunes entre 3 y 5 por 100; pero existen también cervezas muy flojas con 1-2 por 100 de alcohol, y cervezas especiales muy alcohólicas que contienen hasta 8-9 por 100 y más.

Extracto.—Varía en general entre 3 y 8 por 100, y más comúnmente entre 4 y 7 por 100; pero en algunas cervezas ligeras puede reducirse a menos de 3 por 100, y en algunos tipos especiales muy fuertes llega a veces a 10 por 100 y más.

Grado sacarométrico.—El grado sacarométrico es muy variable, pues puede oscilar entre 5 y más de 20; pero ordinariamente está comprendido entre límites mucho más restringidos. Así las cervezas de las fábricas italianas tienen ordinariamente 10-14 grados y las que comúnmente se importan 11-16 grados. Un grado inferior a 10 puede hallarse en las cervezas ligeras de pronto consumo, y en algunas cervezas especiales; un grado superior a 16 se encuentra en algunos tipos especiales, como por ejemplo en algunas cervezas inglesas (strong ale, stout) que pueden llegar a pasar de 20 grados.

Grado de fermentación.—De ordinario la cantidad de extracto contenida en las cervezas es algo mayor que la de alcohol, pero no pasa del doble de esta última; pero hay casos en que el tanto por ciento de extracto es igual o menor que el de alcohol, y otros en que el primero es mayor que el doble del segundo. Como es fácil ver, cuando el extracto alcanza o excede al doble del alcohol, el grado de fermentación es inferior a 50; cuando el extracto es igual o menor que el alcohol, el grado de fermentación excede de 66.

[En España, por el R. D. de 22 de diciembre de 1908, se permiten las siguientes prácticas y manipulaciones: la clarificación por medios mecánicos y de substancias cuyo empleo está declarado lícito; la pastorización; la adición de tanino en la proporción necesaria para la clarificación por medio de albúminas o de la gelatina; la coloración por medio del caramelo o de extractos obtenidos por la torrefacción de cereales; el tratamiento por el SO_2 puro procedente de la combustión del azufre o por los bisulfitos puros, con la doble condición de que la cerveza no retenga más de 50 miligramos de SO_2, libre y combinado, por litro, y que el empleo de bisulfitos esté limitado a 5 gr por hectolitro.]

Pueden considerarse como poco fermentadas las cervezas que tienen un grado de fermentación inferior a 50; como medianamente fermentadas las de grado de fermentación comprendido entre 50 y 60; como muy fermentadas las de grado de fermentación superior a 60; de ordinario las cervezas obscuras tienen un grado de fermentación inferior a las claras. En general el grado de fermentación no debe ser inferior a 45, pues de otra suerte la cerveza se conserva difícilmente; y aun se requiere que el grado de fermentación sea más elevado en las cervezas enturbiadas por almidón o levadura; pero hay que advertir que en las cervezas de elevado grado sacarométrico, como las llamadas de lujo, se puede llegar también a un límite inferior de fermentación. Por fin un grado de fermentación muy elevado puede ser indicio de adición de alcohol a la cerveza o de glucosa al mosto.

Cenizas.—Las cervezas de composición normal contienen de ordinario 0,15-0,3 por 100, rara vez 0,1 ó 0,4 por 100 de cenizas; éstas representan normalmente 1,5-1,7 por 100 del grado sacarométrico (extracto originario). Una cantidad demasiado exigua de cenizas puede ser indicio del empleo de sucedáneos del malta a base de azúcares, lo cual puede hacer rebajar las cenizas hasta 1 por 100 del grado sacarométrico o menos (pero exceptuado el caso de haber empleado jarabes de glucosa ricos en substancias minerales); una cantidad demasiado grande de cenizas es indicio del empleo de aguas muy salinas o de substancias neutralizantes (por ejemplo, bicarbonato de sodio) para corregir el agriado.

La *alcalinidad de las cenizas* es normalmente tal, que requiere 0,2-0,3 cm^3 (rara vez hasta 0,4 cm^3) de ácido normal para las cenizas de 100 cm^3 de cerveza; si ésta fué adicionada de substancias neutralizantes, la alcalinidad de las cenizas es notablemente mayor; además semejante adición viene confirmada por el elevado tanto por ciento de cenizas y por la escasa acidez.

En cuanto a la *composición de las cenizas*, el cloro representa hasta 4 por 100 del peso de ellas (aproximadamente 0,01 por 100 de la cerveza), pero puede llegar alguna vez hasta el doble de esta cantidad (especialmente en ciertas cervezas inglesas para cuya clarificación se empleó sal). La cantidad de anhídrido sulfúrico es aproximadamente igual a la del cloro. Más importante es el anhídrido fosfórico, cuya cantidad en las cervezas normales representa aproximadamente un tercio del peso de las cenizas, o bien 0,05-0,1 por 100 de la cerveza; referido al extracto originario, asciende de ordinario a 0,4-0,5 por 100 del grado sacarométrico. Un contenido en ácido fosfórico inferior a los límites indicados es indicio del empleo de sucedáneos del malta.

Acidez.—Una cerveza bien conservada debe tener una acidez total, calculada en ácido láctico, comprendida entre 0,1 y 0,3 por 100 (es decir, debe requerir 1-3 cm^3 de álcali normal por 100 cm^3) y no debe contener más que vestigios de ácidos volátiles, y en todo caso no más de 0,06 por 100, calculados como ácido acético. Hay que advertir que en algunas cervezas blancas la acidez total puede llegar y aun superar a 0,4 por 100. Un exceso de acidez total, y especialmente una acidez volátil superior al límite señalado, indica el agriado de la cerveza; una acidez muy baja, unida a un exceso de cenizas y sobre todo a una fuerte alcalinidad en éstas, es indicio de la adición de substancias neutralizantes a una cerveza agriada.

Anhídrido carbónico.—Esta substancia es esencial para dar a la cerveza un sabor normal y para asegurar su conservación; una buena cerveza, acabada de extraer de los recipientes, contiene de ordinario, 0,3-0,4 por 100,

BIBLIOTECA PÚBLICA PROVINCIAL BURGOS

y a veces, como en algunas cervezas blancas, hasta 0,6 por 100; si la cantidad se reduce a menos de 0,2 por 100, debe ser tenida por insuficiente, y en tal caso la cerveza es insípida y forma poca espuma.

Glicerina.—La cantidad de glicerina contenida en la cerveza está de ordinario en las proporciones de 0,1-0,3 por 100, y rara vez llega a 0,4 por 100; por 100 gr de alcohol se tienen 3,8-5,5 gr (generalmente unos 5) de glicerina. Un exceso de ésta hace sospechar que se ha agregado artificialmente; una cantidad demasiado escasa es en cambio indicio de adición de alcohol a la cerveza.

Maltosa.—Varía de ordinario entre 0,5 y 3 por 100, y representa en general de $^1/_4$ a $^1/_3$ del extracto.

Dextrina.—Puede variar de 1 a 5 por 100 aproximadamente, pero más comúnmente de 2 a 4 por 100; y un exceso de ella puede ser indicio de adición de glucosa comercial al mosto.

Nitrógeno.—El contenido de la cerveza en nitrógeno varía normalmente entre 0,05 y 0,1 por 100 (correspondientes a 0,3-0,6 aproximadamente de substancias nitrogenadas); representa aproximadamente por término medio el 1 por 100 del extracto, o al menos 0,4-0,5 por 100 del grado sacarométrico. Un contenido demasiado bajo en nitrógeno es indicio del empleo de sucedáneos del malta no nitrogenados o menos ricos en nitrógeno que el mismo malta (cereales inferiores, azúcares).

La cerveza no debe estar adicionada de *substancias antisépticas, dulcificantes y amargas extrañas,* y no debe contener *metales nocivos.* Pero con respecto a las substancias antisépticas se debe advertir que pequeñas cantidades de ácido sulfuroso (hasta 15 mg por litro, y según algunos, hasta 20-25 mg), y mínimos indicios de ácido bórico y de fluoruros (apenas perceptibles por los métodos usuales de investigación), pueden entrar en la composición de una cerveza normal, y de aquí que tales indicios no permitan concluir que dichas substancias hayan sido agregadas a la cerveza.

CAPÍTULO VI

VINO

Se da el nombre de vino a la bebida alcohólica que se obtiene de la fermentación alcohólica total o parcial del *Mosto* o zumo de uva, fresca o ligeramente pasa, sin adición alguna de substancias extrañas.

Los componentes esenciales y normales del vino son los mismos en casi todos sus tipos y variedades; solamente las respectivas proporciones varían en los diversos tipos de vino, los cuales se pueden agrupar en tres categorías: *vinos comunes*, *vinos dulces y vinos de* «coupage» *o mezcla*.

Esos componentes son el alcohol, la glicerina, azúcares, materias colorantes, substancias albuminoideas y tánicas, sales inorgánicas (fosfatos, sulfatos y cloruros de potasio, sodio, magnesio, calcio, aluminio), ácidos orgánicos no volátiles (especialmente tartárico, málico, succínico, láctico, en parte libres y en parte combinados en estado de sales), ácidos volátiles (especialmente acético) y éteres compuestos a los cuales es debido el aroma particular del vino.

El análisis del vino puede encaminarse a los siguientes fines:

a) Establecer su valor comercial. En este caso tendrá grande importancia el examen de los caracteres organolépticos, y la determinación de algunos de los principales componentes, como por ejemplo alcohol, extracto, azúcares (para los vinos dulces), acidez, intensidad colorante (para los vinos de coupage).

b) Establecer si el vino es normal o si ha sufrido alteraciones por defecto de las materias primas empleadas (uvas malas, no maduras, invadidas de parásitos, etc.) o por erróneas prácticas enológicas, o por defectuosa conservación. En este caso, además del examen organoléptico y del examen microscópico, se deberá recurrir cuando convenga, a la determinación de los componentes normales del vino, como en el caso *c*.

c) Establecer si el vino ha sido adulterado, de modo que no se

pueda admitir como genuino. La adulteración puede afectar a los componentes naturales del vino, y entonces es necesario reconocer si estos componentes están contenidos en los justos y normales límites y en las proporciones relativas al tipo de vino que se tiene en examen, o bien puede ser debida ya a la adición de algunas substancias admitidas en las prácticas racionales de enotecnia, pero usadas a dosis superiores a la tolerada, ya a la adición de algunas substancias del todo extrañas a la composición normal del vino. En estos casos, además de las determinaciones antes indicadas, será necesario recurrir a un análisis más completo, esto es a las determinaciones de la glicerina, de la acidez volátil, de las cenizas, del enyesado, del ácido sulfuroso, de la alcalinidad de las cenizas, de los ácidos orgánicos (principalmente tartárico, cítrico), del fosfatado, saladura, glucosa, y a la investigación de las substancias extrañas, como materias colorantes, antisépticas, dulcificantes, ácidos minerales libres, metales pesados, sales de bario y estroncio.

Si de una o más de las determinaciones e investigaciones mencionadas resulta ya la no genuinidad del vino, será superfluo, a no ser que se haya requerido expresamente, proceder a las demás determinaciones.

En algunos casos especiales podrá requerirse también, además de las determinaciones indicadas, la de las cantidades de otras substancias contenidas en el vino, por ejemplo, de los ácidos tánico, málico, láctico, succínico. A propósito de estas últimas determinaciones, hay que advertir que los resultados obtenidos presentan todavía cierta incertidumbre y por lo tanto las deducciones que de ellos se pueden obtener no siempre son concordantes (1).

Las determinaciones sobre las muestras de vino para el análisis deben verificarse sin interrupción. Los resultados obtenidos, siguiendo las indicaciones que se darán para cada determinación, se expresan en gramos y se refieren a un litro de vino a 15° C, excepto el alcohol que se da en centímetros cúbicos o en gramos por 100 cm^3, y la alcalinidad que se da en centímetros cúbicos de álcali normal por litro. Al referir los resultados, se dan 4 cifras decimales para los pesos específicos, tres para las cenizas y dos para las demás determinaciones.

---

(1) Si conviene proceder a alguna de estas últimas investigaciones, se pueden consultar los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* Para las determinaciones de los ácidos málico, láctico y succínico han sido propuestos más recientemente otros métodos y entre ellos el de Ws. D. Heide y Schwenk para el ácido málico (*Zeitschr. analyt. Chem.* 1912, 51, pág. 628; Paris: *Studio chimico del grappolo d'uva, mosto, vino, etc.*, 1912, pág. 159), de Baragiola y Godet para el ácido láctico (*Staz. sper. agrar. ital.*, Vol. XLVII, 1914, pág. 397) y el de Kunz modificado por W. d. Heye y Schwenk para el ácido succínico (Paris, *loc. cit.* y Garino Canina, *Ann. R. Accad. Agric. Torino*, LVII, 1915).—Para estas determinaciones, se deberá indicar, en los resultados del análisis, el método adoptado.

Toma y preparación de la muestra.—La cantidad de vino necesaria para el análisis varía según las investigaciones y determinaciones que se deben efectuar. De ordinario, para un análisis sumario, que comprenda los principales ensayos, basta una muestra de 1 litro; para un análisis completo o para investigaciones especiales la cantidad será mayor, proporcionalmente a la naturaleza de éstas. Las normas oficiales para la toma de las muestras de vinos destinados al comercio o al consumo, son las siguientes (1):

La cantidad de vino que debe tomarse para el análisis químico debe ser al menos de 4 botellas de litro. Las botellas empleadas han de ser transparentes, previamente lavadas con agua y luego con el mismo vino, de modo que no quede vestigio alguno de las substancias que pueden haber precedentemente contenido. Las botellas deben llenarse enteramente, cerrarse cuidadosamente con tapones nuevos de corcho de buena calidad, y proveerse de sellos de lacre y de un rótulo que lleve las firmas del detentor y del agente encargado de la toma, y demás indicaciones para asegurar la identidad de la muestra.

Además, en hoja especial, se debe indicar el nombre, apellido y residencia del detentor del vino, la capacidad de los toneles o recipientes de que fué tomada la muestra, la mayor o menor cantidad de vino que contengan, y a ser posible el tipo, el lugar, y el año de producción del mismo vino.

La muestra debe ser remitida lo antes posible al laboratorio; si no se puede proceder al análisis en seguida, se conservarán las botellas dispuestas horizontalmente y en sitio fresco, pero no excesivamente frío. Si la muestra está turbia, se deja por algún tiempo en reposo, y luego se decanta o se filtra antes de proceder al análisis, y si conviene se examina aparte el residuo. La determinación del anhídrido sulfuroso deberá hacerse antes de la filtración y recién descorchada la botella.

Si se desea conservar el resto de la muestra analizada, convendrá pastorizarla, calentándola en un recipiente cerrado a 75° C por una hora.

1. Examen organoléptico

Los caracteres organolépticos que han de observarse en el vino son el color, la limpidez, el olor, el sabor. Obsérvanse en cuanto se

---

(1) Art. 16 del Reg. que aplica la ley para combatir los fraudes en los vinos, n. 388 de julio de 1904 (en Italia),

[Con respecto a España, además del R. D. de 22 de diciembre de 1908, debe verse la R. O. de 14 de julio de 1913 referente a los Métodos Oficiales para el análisis de los vinos que han de seguirse por todos los laboratorios dependientes del Ministerio de Fomento.]

acaba de descorchar la botella; la temperatura conveniente es de 15° C para los vinos blancos y de 17° para los tintos. Además se debe observar si al abrir el recipiente se desprende anhídrido carbónico, que en tal caso deberá ser eliminado mediante agitación antes de proceder al análisis.

Con respecto al color, se puede observar si se trata de un vino blanco o tinto, y si en éste el color es más o menos intenso; y cuando es preciso (vinos de coupage o mezcla) se determina la intensidad (V. n. 12).

La limpidez se examina a través de un espesor conveniente, y es indicio de estar sano y bien conservado el vino. Si la muestra está turbia, se deja por algún tiempo en reposo, luego se decanta o se filtra antes de proceder al análisis; en muchos casos podrá ser oportuno el examen microscópico del sedimento abandonado por el vino.

Con respecto al olor se observará si es el normal; un olor anormal podrá dar en muchos casos útiles indicios acerca de las alteraciones o sofisticaciones sufridas por el vino en examen (por ejemplo, el olor de agrio, de anhídrido sulfuroso, etc.).

Por fin con respecto al sabor se observará si el vino en examen es dulce o seco, a qué tipo pertenece, y además, si siendo anormal, han ocurrido sofisticaciones o alteraciones. Así se puede observar: el sabor alcohólico no conciliable con la clase del vino, la acidez debida al agriado, la aspereza debida al tanino, el sabor de heces y de madera, la presencia de ácido carbónico, un dulzor anormal, el sabor de ácido sulfuroso, etc.

2. Determinación del peso específico

Determínase con la balanza hidrostática de Westphal (V. Capítulo Espíritus y licores) verificada, sensible a la cuarta cifra decimal, a 15° C, respecto al agua a la misma temperatura.

Este procedimiento está prescrito por los Métodos oficiales italianos (1905). [Los métodos oficiales españoles (1913: nota de la pág. 245) prescriben el uso del picnómetro o el de densímetros comprobados frecuente y rigurosamente por medio del picnómetro.] Para obtener el peso en kilogramos de un determinado volumen de vino, basta multiplicar este volumen, expresado en litros, por el peso específico del vino.

3. Determinación del alcohol

El alcohol se determina, ora mediante destilación del vino, calculando con tablas especiales el contenido en alcohol del destilado, a base de su peso específico, a 15° C, ora por medio de apara-

tos especiales que se hallan en el comercio designados con el nombre de ebullioscopios. Así se obtiene el *grado alcohólico del vino*; en los vinos dulces se calcula a veces, además del grado alcohólico, la *riqueza potencial en alcohol*, que se obtiene sumando al alcohol hallado, el que derivaría de la fermentación de los azúcares todavía presentes (1).

1. **Método por destilación.**—Mídense exactamente, en un matraz graduado, 100 cm³ del vino en examen, a 15° C, y se vierten en un matraz cónico o en un matraz de fondo redondo de unos 300 cm³ de capacidad, lavando el matraz graduado varias veces con un poco de agua, que también se vierte en el otro matraz. Se enlaza luego el matraz a un refrigerante, y se destila, calentando sobre llama directa con interposición de una tela metálica, recogiendo el destilado en el mismo matraz graduado, hasta más de ²/₃. El destilado se agita con cuidado y luego se diluye con agua hasta el volumen exacto de 100 cm³ a 15° y se determina el peso específico a esta misma temperatura con la balanza de Westphal. Del peso específico hallado se deduce el alcohol por ciento en volumen (*Grado alcohólico en volumen*), o bien el alcohol en gramos por 100 cm³ de vino (*Grado alcohólico en peso*) por medio de la tabla XXI (2).

Si el vino es muy alcohólico, es conveniente diluirlo hasta un volumen doble con agua, procediendo como de ordinario, y multiplicando por 2 el resultado obtenido.

Este procedimiento está prescrito por los Métodos oficiales italianos (1905) y salvo ligeras variaciones de detalle, también por los Métodos oficiales españoles (1913).

Cuando se está en presencia de vinos agriados, es conveniente impedir la destilación de los ácidos volátiles, saturando la acidez del vino con óxido de magnesio, o con algunas gotas de una solución concentrada de sosa cáustica. Pero conviene dejar el vino un poco ácido para evitar la formación de espuma, la cual se evita también mediante la adición de tanino.

2. **Ebullioscopio de Malligand.**—Está fundado en que las mezclas hidroalcohólicas hierven a temperatura más o menos baja, respecto a la de ebullición del agua, según el contenido en alcohol.

---

(1) Por ejemplo, a los efectos de la legislación de aduanas, la riqueza alcohólica (*potencial*) de los vinos dulces, que contienen más de 1 por 100 de azúcar no fermentado, en los cuales el azúcar total (sumados los azúcares existentes y los correspondientes al alcohol contenido en el vino) exceda de 26 por 100, se calcula agregando al alcohol contenido en el vino, el correspondiente a los azúcares presentes (azúcares por ciento × 0,63). Por ejemplo: un vino con 11,50 por 100 de alcohol en volumen y 8,50 por 100 de azúcares, tendrá una riqueza alcohólica (*potencial*) de 11,50 + (8,50 × 0,63) = 16,85.

(2) Si el peso específico ha sido determinado a temperatura distinta de 15°, se pueden usar para la corrección las tablas publicadas por G. Tommasi (*Ann. R. staz. chim. agr. sperim. di Roma*), Vol. VI (1913), pág. 157.

TABLA XXI

Cálculo del grado alcohólico

Peso específico a 15º/15º	Alcohol por ciento en peso	Alcohol por ciento en volumen	Gramos de alcohol en 100 cm³	Peso específico a 15º/15º	Alcohol por ciento en peso	Alcohol por ciento en volumen	Gramos de alcohol en 100 cm³
0,9999	0,05	0,07	0,05	0,9949	2,79	3,49	2,77
8	0,11	0,13	0,11	8	2,84	3,56	2,82
7	0,16	0,20	0,16	7	2,90	3,64	2,88
6	0,21	0,27	0,21	6	2,96	3,71	2,94
5	0,26	0,33	0,26	5	3,02	3,78	3,00
4	0,32	0,40	0,32	4	3,08	3,85	3,06
3	0,37	0,47	0,37	3	3,14	3,93	3,12
2	0,42	0,53	0,42	2	3,19	4,00	3,17
1	0,48	0,60	0,47	1	3,25	4,07	3,23
0	0,53	0,67	0,53	0	3,31	4,14	3,29
0,9989	0,58	0,73	0,58	0,9939	3,37	4,22	3,35
8	0.64	0,80	0,64	8	3,43	4,29	3,40
7	0,69	0,87	0,69	7	3,49	4,36	3,46
6	0,74	0,93	0,74	6	3,55	4,43	3,52
5	0,80	1,00	0,80	5	3,60	4,51	3,58
4	0,85	1,07	0,85	4	3,66	4,58	3,64
3	0,90	1,14	0,90	3	3,72	4,65	3,69
2	0,96	1,20	0,96	2	3,78	4,73	3,75
1	1,01	1,27	1,01	1	3,84	4,80	3,81
0	1,06	1,34	1,06	0	3,90	4,88	3,87
0,9979	1,12	1,41	1,12	0,9929	3,96	4,95	3,93
8	1,17	1,48	1,17	8	4,02	5,03	3,99
7	1,23	1,54	1,22	7	4,08	5,10	4,05
6	1,28	1,61	1,28	6	4,14	5,18	4,11
5	1,34	1,68	1,33	5	4,20	5,25	4,17
4	1,39	1,75	1,39	4	4,26	5,33	4,23
3	1,45	1,82	1,44	3	4,32	5,40	4,29
2	1,50	1,88	1,50	2	4,39	5,48	4,35
1	1,56	1,95	1,55	1	4,45	5,55	4,41
0	1,61	2,02	1,60	0	4,51	5,63	4,47
0,9969	1,67	2,09	1,66	0,9919	4,57	5,70	4,53
8	1,72	2,16	1,71	8	4,63	5,78	4,59
7	1,78	2,23	1,77	7	4,69	5,86	4,65
6	1,83	2,30	1,82	6	4,75	5,93	4,71
5	1,89	2,37	1,88	5	4,81	6,01	4,77
4	1,94	2,44	1,93	4	4,88	6,09	4,83
3	2,00	2,51	1,99	3	4,94	6,16	4,89
2	2,05	2,58	2,04	2	5,00	6,24	4,95
1	2,11	2,65	2,10	1	5,06	6,32	5,01
0	2,17	2,72	2,16	0	5,13	6,40	5,08
0,9959	2,22	2,79	2,21	0,9909	5,19	6,47	5,14
8	2,28	2,86	2,27	8	5,25	6,55	5,20
7	2,34	2,93	2,32	7	5,32	6,63	5,26
6	2,39	3,00	2,38	6	5,38	6,71	5,32
5	2,45	3,07	2,43	5	5,44	6,79	5,38
4	2,50	3,14	2,49	4	5.51	6,86	5,45
3	2,56	3,21	2,55	3	5,57	6,94	5,51
2	2,62	3,28	2,60	2	5,63	7,02	5,57
1	2,68	3,35	2,66	1	5,70	7,10	5,64
0	2,73	3,42	2,72	0	5,76	7,18	5,70

Sigue TABLA XXI

Peso específico a 15°/15°	Alcohol por ciento en peso	Alcohol por ciento en volumen	Gramos de alcohol en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Alcohol por ciento en peso	Alcohol por ciento en volumen	Gramos de alcohol en 100 cm³
0,9899	5,83	7,26	5,76	0,9849	9,28	11,50	9,13
8	5,89	7,34	5,83	8	9,35	11,59	9,20
7	5,96	7,42	5,89	7	9,42	11,68	9,27
6	6,02	7,50	5,95	6	9,50	11,77	9,34
5	6,09	7,58	6,02	5	9,57	11,86	9,42
4	6,15	7,66	6,08	4	9,65	11,95	9,49
3	6,22	7,74	6,14	3	9,72	12,05	9,56
2	6,28	7,82	6,21	2	9,80	12,14	9,63
1	6,35	7,90	6,27	1	9,87	12,23	9,70
0	6,41	7,99	6,34	0	9,94	12,32	9,78
0,9889	6,48	8,07	6,40	0,9839	10,02	12,41	9,85
8	6,55	8,15	6,47	8	10,10	12,50	9,92
7	6,61	8,23	6,53	7	10,17	12,59	9,99
6	6,68	8,31	6,59	6	10,25	12,69	10,07
5	6,75	8,40	6,66	5	10,32	12,78	10,14
4	6,81	8,48	6,73	4	10,40	12,88	10,22
3	6,88	8,56	6,79	3	10,48	12,97	10,29
2	6,95	8,64	6,86	2	10,55	13,06	10,36
1	7,02	8,73	6,93	1	10,63	13,16	10,44
0	7,08	8,81	6,99	0	10,71	13,25	10,52
0,9879	7,15	8,89	7,06	0,9829	10,78	13,34	10,59
8	7,22	8,98	7,12	8	10,86	13,44	10,66
7	7,29	9,06	7,19	7	10,94	13,53	10,74
6	7,36	9,15	7,26	6	11,01	13,63	10,81
5	7,42	9,23	7,33	5	11,09	13,72	10,89
4	7,49	9,32	7,39	4	11,17	13,82	10,96
3	7,56	9,40	7,46	3	11,25	13,91	11,04
2	7,63	9,48	7,53	2	11,33	14,01	11,12
1	7,70	9,57	7,60	1	11,40	14,10	11,19
0	7,77	9,66	7,66	0	11,48	14,20	11,27
0,9869	7,84	9,74	7,73	0,9819	11,56	14,29	11,34
8	7,91	9,83	7,80	8	11,64	14,39	11,42
7	7,98	9,91	7,87	7	11,72	14,48	11,49
6	8,05	10,00	7,94	6	11,80	14,58	11,57
5	8,12	10,09	8,00	5	11,88	14,68	11,65
4	8,19	10,17	8,07	4	11,96	14,77	11,72
3	8,26	10,26	8,14	3	12,04	14,87	11,80
2	8,33	10,35	8,21	2	12,12	14,97	11,88
1	8,41	10,43	8,28	1	12,20	15,07	11,96
0	8,48	10,52	8,35	0	12,28	15,16	12,03
0,9859	8,55	10,61	8,42	0,9809	12,36	15,26	12,11
8	8,62	10,70	8,49	8	12,44	15,36	12,19
7	8,69	10,79	8,56	7	12,52	15,46	12,27
6	8,76	10,88	8,63	6	12,60	15,55	12,34
5	8,84	10,96	8,70	5	12,68	15,65	12,42
4	8,91	11,05	8,77	4	12,76	15,75	12,50
3	8,98	11,14	8,84	3	12,84	15,85	12,58
2	9,06	11,23	8,91	2	12,92	15,95	12,65
1	9,13	11,32	8,98	1	13,00	16,04	12,73
0	9,20	11,41	9,06	0	13,08	16,14	12,81

Sigue TABLA XXI

Peso específico a 15°/15°	Alcohol por ciento en peso	Alcohol por ciento en volumen	Gramos de alcohol en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Alcohol por ciento en peso	Alcohol por ciento en volumen	Gramos de alcohol en 100 cm³
0,9799	13,16	16,24	12,89	0,9749	17,32	21,26	16,87
8	13,25	16,34	12,97	8	17,40	21,36	16,95
7	13,33	16,44	13,05	7	17,49	21,46	17,03
6	13,41	16,54	13,13	6	17,57	21,56	17,11
5	13,49	16,64	13,20	5	17,65	21,66	17,19
4	13,57	16,74	13,28	4	17,73	21,76	17,27
3	13,66	16,84	13,36	3	17,82	21,86	17,35
2	13,74	16,94	13,44	2	17,90	21,96	17,42
1	13,82	17,04	13,52	1	17,98	22,06	17,50
0	13,90	17,14	13,60	0	18,07	22,16	17,58
0,9789	13,98	17,24	13,68	0,9739	18,15	22,26	17,66
8	14,07	17,34	13,76	8	18,23	22,35	17,74
7	14,15	17,44	13,84	7	18,32	22,45	17,82
6	14,23	17,54	13,92	6	18,40	22,55	17,90
5	14,32	17,64	14,00	5	18,48	22,65	17,98
4	14,40	17,74	14,08	4	18,56	22,75	18,05
3	14,48	17,84	14,15	3	18,65	22,85	18,13
2	14,56	17,94	14,23	2	18,73	22,95	18,21
1	14,65	18,04	14,31	1	18,81	23,05	18,29
0	14,73	18,14	14,39	0	18,89	23,14	18,37
0,9779	14,81	18,24	14,47	0,9729	18,98	23,24	18,45
8	14,90	18,34	14,55	8	19,06	23,34	18,52
7	14,98	18,44	14,63	7	19,14	23,44	18,60
6	15,06	18,54	14,71	6	19,22	23,54	18,68
5	15,15	18,64	14,79	5	19,30	23,63	18,76
4	15,23	18,74	14,87	4	19,39	23,73	18,84
3	15,31	18,84	14,95	3	19,47	23,83	18,91
2	15,40	18,94	15,03	2	19,55	23,93	18,99
1	15,48	19,04	15,11	1	19,63	24,02	19,07
0	15,56	19,14	15,19	0	19,71	24,12	19,14
0,9769	15,65	19,24	15,27	0,9719	19,79	24,22	19,22
8	15,73	19,34	15,35	8	19,87	24,32	19,30
7	15,81	19,44	15,43	7	19,95	24,41	19,37
6	15,90	19,55	15,51	6	20,04	24,51	19,45
5	15,98	19,65	15,59	5	20,12	24,60	19,53
4	16,06	19,75	15,67	4	20,20	24,70	19,60
3	16,15	19,85	15,75	3	20,28	24,80	19,68
2	16,23	19,95	15,83	2	20,36	24,89	19,76
1	16,32	20,05	15,91	1	20,44	24,99	19,83
0	16,40	20,15	15,99	0	20,52	25,08	19,91
0,9759	16,48	20,25	16,07	0,9709	20,60	25,18	19,98
8	16,57	20,35	16,15	8	20,68	25,27	20,06
7	16,65	20,45	16,23	7	20,76	25,37	20,13
6	16,73	20,55	16,31	6	20,84	25,47	20,21
5	16,82	20,65	16,39	5	20,92	25,56	20,28
4	16,90	20,75	16,47	4	21,00	25,66	20,36
3	16,98	20,86	16,55	3	21,08	25,75	20,43
2	17,07	20,96	16,63	2	21,16	25,84	20,51
1	17,15	21,06	16,71	1	21,24	25,94	20,58
0	17,23	21,16	16,79	0	21,32	26,03	20,66

Consta este aparato (fig. 50) de una calderita metálica de forma cónica *C*, provista en la base de un termosifón constituído por un anillo metálico hueco *A*, y que puede ser calentado por una lámpara de alcohol *L*. La caldera está cerrada por una tapa atornillada provista de dos orificios: uno destinado a insertar el refrigerante *R*, y el otro a dar paso a un termómetro doblado en ángulo recto *T*; sobre el brazo horizontal del termómetro puede correrse una reglita graduada *S*.

Para verificar una determinación de alcohol con este aparato se procede del siguiente modo. Introdúcese cierta cantidad de agua en la caldera, hasta un nivel marcado en el interior de la misma; el depósito del termómetro no llega a sumergirse en esta cantidad de agua. Atorníllase la tapa y el refrigerante, lleno de agua fría, y se calienta hasta ebullición. Cuando el extremo de la columna de mercurio del termómetro se detiene en su marcha, se hace correr la regla graduada de 0 a 25 hasta que su cero coincida con el mercurio de la columna, y se fija mediante un tornillo de presión. La determinación del cero debe verificarse para cada ensayo, o al menos para cada serie de ensayos efectuados sin interrupción, porque varía con la presión atmosférica.

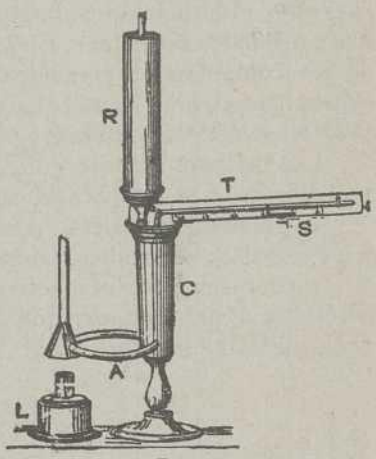


Fig. 50.

Fijado así el cero, se destornilla la tapa, se vierte el agua, se lava repetidamente la caldera con el vino en examen, y con el mismo vino se llena hasta otro nivel señalado también en el interior y cerca de la parte superior de la caldera: esta vez el depósito del termómetro queda hundido en el líquido. Atorníllase la tapa, instálase el refrigerante lleno de agua y se calienta hasta la ebullición. Según la temperatura de ebullición del vino, el mercurio avanza más o menos en la columna, de suerte que se puede leer directamente sobre la regla graduada el grado alcohólico (en volumen) del vino. Se procurará que la intensidad de la llama de la lámpara sea la misma durante la determinación del cero y la del alcohol, lo que se consigue manteniendo constante la longitud del pábilo y poniendo en la lámpara cantidades iguales de espíritu de vino.

Si se trata de vinos de mezcla (coupage) o débilmente dulces, hay que diluirlos hasta el doble, y si dulces hasta el cuádruplo, cuidando luego de multiplicar los resultados obtenidos por el factor correspondiente a la dilución producida.

El ebullioscopio Malligand da resultados satisfactorios para la práctica comercial, con tal de que se trate de vinos comunes y sanos; en el caso de vinos dulces los resultados son algo superiores a los reales; con la dilución se disminuye el error, pero no se elimina. Cuando el grado alcohólico de un vino ha sido determinado con un ebullioscopio, debe declararse así en la relación del análisis.

4. Determinación del extracto

El extracto de los vinos es el residuo fijo que se obtiene por evaporación de las materias volátiles (*Extracto total*). En los vinos comunes los principales componentes del extracto son la glicerina, el tanino, el bitartrato potásico, las substancias colorantes y pequeñas cantidades de azúcar. En los vinos dulces, cuyo extracto además de los componentes mencionados, contiene cantidades mayores de azúcar, el extracto se calcula restando del peso del extracto total el de los azúcares contenidos (*Extracto sin azúcares*).

Los métodos de determinación del extracto son dos: el indirecto y el directo, y se procede del siguiente modo:

1. **Método indirecto.**—Determinado el peso específico del vino y del destilado alcohólico, como se ha dicho en los precedentes n. 2 y 3, y representados respectivamente por p y p', se calcula el peso específico P del vino, privado de alcohol y referido al mismo volumen, mediante la expresión:

$$P = 1 + p - p'$$

y se busca el valor del extracto E por 100 cm³, correspondiente al valor de P así calculado, en la tabla XXII de la página 253 y siguientes. (En esta tabla los valores P se hallan en las columnas encabezadas: Peso específico, etc.; los valores E en los Gramos de extracto, etc.) Si este valor E es igual o superior a 4, representa sin modificación el extracto en gramos por 100 cm³ de vino (1). En cambio, si E es inferior a 4, el resultado de la determinación indirecta se considera sólo como preliminar, y se procede a la determinación directa, siguiendo el n. 2.

El método indirecto se aplica especialmente a los vinos dulces y generosos.

---

(1) La tabla adoptada para el cálculo del extracto está basada en la densidad de las soluciones acuosas de sacarosa, por lo que el extracto así calculado es en realidad un valor convencional. Existen otras tablas fundadas en la densidad de las soluciones de mostos de uva, pero dada la diversa proporción en que los componentes del mosto entran a constituir el extracto en los diversos tipos de vino, también estas tablas tienen un valor puramente convencional.

TABLA XXII

Cálculo del extracto total

Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³
1,0000	0,00	1,0050	1,29	1,0100	2,58	1,0150	3,87	1,0200	5,17
1	0,03	1	1,32	1	2,61	1	3,90	1	5,19
2	0,05	2	1,34	2	2,63	2	3,93	2	5,22
3	0,08	3	1,37	3	2,66	3	3,95	3	5,25
4	0,10	4	1,39	4	2,69	4	3,98	4	5,27
5	0,13	5	1,42	5	2,71	5	4,00	5	5,30
6	0,15	6	1,45	6	2,74	6	4,03	6	5,32
7	0,18	7	1,47	7	2,76	7	4,06	7	5,35
8	0,20	8	1,50	8	2,79	8	4,08	8	5,38
9	0,23	9	1,52	9	2,82	9	4,11	9	5,40
1,0010	0,26	1,0060	1,55	1,0110	2,84	1,0160	4,13	1,0210	5,43
1	0,28	1	1,57	1	2,87	1	4,16	1	5,45
2	0,31	2	1,60	2	2,89	2	4,19	2	5,48
3	0,34	3	1,63	3	2,92	3	4,21	3	5,51
4	0,36	4	1,65	4	2,94	4	4,24	4	5,53
5	0,39	5	1,68	5	2,97	5	4,26	5	5,56
6	0,41	6	1,70	6	3,00	6	4,29	6	5,58
7	0,44	7	1,73	7	3,02	7	4,31	7	5,61
8	0,46	8	1,76	8	3,05	8	4,34	8	5,64
9	0,49	9	1,78	9	3,07	9	4,37	9	5,66
1,0020	0,52	1,0070	1,81	1,0120	3,10	1,0170	4,39	1,0220	5,69
1	0,54	1	1,83	1	3,12	1	4,42	1	5,71
2	0,57	2	1,86	2	3,15	2	4,44	2	5,74
3	0,59	3	1,88	3	3,18	3	4,47	3	5,77
4	0,62	4	1,91	4	3,20	4	4,50	4	5,79
5	0,64	5	1,94	5	3,23	5	4,52	5	5,83
6	0,67	6	1,96	6	3,26	6	4,55	6	5,84
7	0,69	7	1,99	7	3,28	7	4,57	7	5,87
8	0,72	8	2,01	8	3,31	8	4,60	8	5,89
9	0,75	9	2,04	9	3,33	9	4,63	9	5,92
1,0030	0,77	1,0080	2,07	1,0130	3,36	1,0180	4,65	1,0230	5,94
1	0,80	1	2,09	1	3,38	1	4,68	1	5,97
2	0,82	2	2,12	2	3,41	2	4,70	2	6,00
3	0,85	3	2,14	3	3,43	3	4,73	3	6,02
4	0,87	4	2,17	4	3,46	4	4,75	4	6,05
5	0,90	5	2,19	5	3,49	5	4,78	5	6,07
6	0,93	6	2,22	6	3,51	6	4,81	6	6,10
7	0,95	7	2,25	7	3,54	7	4,83	7	6,12
8	0,98	8	2,27	8	3,56	8	4,86	8	6,15
9	1,00	9	2,30	9	3,59	9	4,88	9	6,18
1,0040	1,03	1,0090	2,32	1,0140	3,62	1,0190	4,91	1,0240	6,20
1	1,06	1	2,35	1	3,64	1	4,94	1	6,23
2	1,08	2	2,38	2	3,67	2	4,96	2	6,25
3	1,11	3	2,40	3	3,69	3	4,99	3	6,28
4	1,13	4	2,43	4	3,72	4	5,01	4	6,31
5	1,16	5	2,45	5	3,75	5	5,04	5	6,33
6	1,18	6	2,48	6	3,77	6	5,06	6	6,36
7	1,21	7	2,50	7	3,80	7	5,09	7	6,38
8	1,24	8	2,53	8	3,82	8	5,11	8	6,41
9	1,26	9	2,56	9	3,85	9	5,14	9	6,44

Sigue TABLA XXII

Peso específico a 15º/15º	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15º/15º	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15º/15º	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15º/15º	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15º/15º	Gramos de extracto en 100 cm³
1,0250	6,46	1,0300	7,76	1,0350	9,05	1,0400	10,35	1,0450	11,65
1	6,49	1	7,78	1	9,08	1	10,37	1	11,68
2	6,51	2	7,81	2	9,10	2	10,40	2	11,70
3	6,54	3	7,83	3	9,13	3	10,43	3	11,73
4	6,56	4	7,86	4	9,16	4	10,45	4	11,75
5	6,59	5	7,89	5	9,18	5	10,48	5	11,78
6	6,62	6	7,91	6	9,21	6	10,51	6	11,81
7	6,64	7	7,94	7	9,23	7	10,53	7	11,83
8	6,67	8	7,97	8	9,26	8	10,56	8	11,86
9	6,70	9	7,99	9	9,29	9	10,58	9	11,88
1,0260	6,72	1,0310	8,02	1,0360	9,31	1,0410	10,61	1,0460	11,91
1	6,75	1	8,04	1	9,34	1	10,63	1	11,94
2	6,77	2	8,07	2	9,36	2	10,66	2	11,96
3	6,80	3	8,09	3	9,39	3	10,69	3	11,99
4	6,82	4	8,12	4	9,42	4	10,71	4	12,01
5	6,85	5	8,14	5	9,44	5	10,74	5	12,04
6	6,88	6	8,17	6	9,47	6	10,76	6	12,06
7	6,90	7	8,20	7	9,49	7	10,79	7	12,09
8	6,93	8	8,22	8	9,52	8	10,82	8	12,12
9	6,95	9	8,25	9	9,55	9	10,84	9	12,14
1,0270	6,98	1,0320	8,27	1,0370	9,57	1,0420	10,87	1,0470	12,17
1	7,01	1	8,30	1	9,60	1	10,90	1	12,19
2	7,03	2	8,33	2	9,62	2	10,92	2	12,22
3	7,06	3	8,35	3	9,65	3	10,95	3	12,25
4	7,08	4	8,38	4	9,68	4	10,97	4	12,27
5	7,11	5	8,40	5	9,70	5	11,00	5	12,30
6	7,13	6	8,43	6	9,73	6	11,03	6	12,32
7	7,16	7	8,46	7	9,75	7	11,05	7	12,35
8	7,19	8	8,48	8	9,78	8	11,08	8	12,38
9	7,21	9	8,51	9	9,80	9	11,10	9	12,40
1;0280	7,24	1,0330	8,53	1,0380	9,83	1,0430	11,13	1,0480	12,43
1	7,26	1	8,56	1	9,86	1	11,15	1	12,45
2	7,29	2	8,59	2	9,88	2	11,18	2	12,48
3	7,32	3	8,61	3	9,91	3	11,21	3	12,51
4	7,34	4	8,64	4	9,93	4	11,23	4	12,53
5	7,37	5	8,66	5	9,96	5	11,26	5	12,56
6	7,39	6	8,69	6	9,99	6	11,28	6	12,58
7	7,42	7	8,72	7	10,01	7	11,31	7	12,61
8	7,45	8	8,74	8	10,04	8	11,34	8	12,64
9	7,47	9	8,77	9	10,06	9	11,36	9	12,66
1,0290	7,50	1,0340	8,79	1,0390	10,09	1,0440	11,39	1,0490	12,69
1	7,52	1	8,82	1	10,11	1	11,42	1	12,71
2	7,55	2	8,85	2	10,14	2	11,44	2	12,74
3	7,58	3	8,87	3	10,17	3	11,47	3	12,77
4	7,60	4	8,90	4	10,19	4	11,49	4	12,79
5	7,63	5	8,92	5	10,22	5	11,52	5	12,82
6	7,65	6	8,95	6	10,25	6	11,55	6	12,84
7	7,68	7	8,97	7	10,27	7	11,57	7	12,87
8	7,70	8	9,00	8	10,30	8	11,60	8	12,90
9	7,73	9	9,03	9	10,32	9	11,62	9	12,92

Sigue TABLA XXII

Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³
1,0500	12,95	1,0550	14,25	1,0600	15,55	1,0650	16,86	1,0700	18,16
1	12,97	1	14,28	1	15,58	1	16,88	1	18,19
2	13,00	2	14,30	2	15,61	2	16,91	2	18,22
3	13,03	3	14,33	3	15,63	3	16,94	3	18,24
4	13,05	4	14,35	4	15,66	4	16,96	4	18,27
5	13,08	5	14,38	5	15,68	5	16,99	5	18,30
6	13,10	6	14,41	6	15,71	6	17,01	6	18,32
7	13,13	7	14,43	7	15,74	7	17,04	7	18,35
8	13,15	8	14,46	8	15,76	8	17,07	8	18,37
9	13,18	9	14,48	9	15,79	9	17,09	9	18,40
1,0510	13,21	1,0560	14,51	1,0610	15,81	1,0660	17,12	1,0710	18,43
1	13,23	1	14,54	1	15,84	1	17,14	1	18,45
2	13,26	2	14,56	2	15,87	2	17,17	2	18,48
3	13,29	3	14,59	3	15,89	3	17,20	3	18,50
4	13,31	4	14,61	4	15,92	4	17,22	4	18,53
5	13,34	5	14,64	5	15,94	5	17,25	5	18,56
6	13,36	6	14,67	6	15,97	6	17,27	6	18,58
7	13,39	7	14,69	7	16,00	7	17,30	7	18,61
8	13,42	8	14,72	8	16,02	8	17,33	8	18,63
9	13,44	9	14,74	9	16,04	9	17,35	9	18,66
1,0520	13,47	1,0570	14,77	1,0620	16,07	1,0670	17,38	1,0720	18,69
1	13,49	1	14,80	1	16,10	1	17,41	1	18,71
2	13,52	2	14,82	2	16,13	2	17,43	2	18,74
3	13,55	3	14,85	3	16,15	3	17,46	3	18,76
4	13,57	4	14,87	4	16,18	4	17,48	4	18,79
5	13,60	5	14,90	5	16,21	5	17,51	5	18,82
6	13,62	6	14,93	6	16,23	6	17,54	6	18,84
7	13,65	7	14,95	7	16,26	7	17,56	7	18,87
8	13,68	8	14,98	8	16,28	8	17,59	8	18,90
9	13,70	9	15,00	9	16,31	9	17,62	9	18,92
1,0530	13,73	1,0580	15,03	1,0630	16,33	1,0680	17,64	1,0730	18,95
1	13,75	1	15,06	1	16,36	1	17,67	1	18,97
2	13,78	2	15,08	2	16,39	2	17,69	2	19,00
3	13,80	3	15,11	3	16,41	3	17,72	3	19,03
4	13,83	4	15,14	4	16,44	4	17,75	4	19,05
5	13,86	5	15,16	5	16,47	5	17,77	5	19,08
6	13,89	6	15,19	6	16,49	6	17,80	6	19,10
7	13,91	7	15,22	7	16,52	7	17,83	7	19,13
8	13,94	8	15,24	8	16,54	8	17,85	8	19,16
9	13,96	9	15,27	9	16,57	9	17,88	9	19,18
1,0540	13,99	1,0590	15,29	1,0640	16,60	1,0690	17,90	1,0740	19,21
1	14,01	1	15,32	1	16,62	1	17,93	1	19,23
2	14,04	2	15,35	2	16,65	2	17,95	2	19,26
3	14,07	3	15,37	3	16,68	3	17,98	3	19,29
4	14,09	4	15,40	4	16,70	4	18,01	4	19,31
5	14,12	5	15,42	5	16,73	5	18,03	5	19,34
6	14,14	6	15,45	6	16,75	6	18,06	6	19,37
7	14,17	7	15,48	7	16,78	7	18,08	7	19,39
8	14,20	8	15,50	8	16,80	8	18,11	8	19,42
9	14,22	9	15,53	9	16,83	9	18,14	9	19,44

Sigue TABLA XXII

Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Gramos de extracto en 100 cm³
1,0750	19,47	1,0800	20,78	1,0850	22,09	1,0900	23,41	1,0950	24,72
1	19,50	1	20,81	1	22,12	1	23,43	1	24,75
2	19,52	2	20,83	2	22,15	2	23,46	2	24,78
3	19,55	3	20,86	3	22,17	3	23,49	3	24,80
4	19,58	4	20,89	4	22,20	4	23,51	4	24,82
5	19,60	5	20,91	5	22,22	5	23,54	5	24,85
6	19,63	6	20,94	6	22,25	6	23,57	6	24,88
7	19,65	7	20,96	7	22,28	7	23,59	7	24,91
8	19,68	8	20,99	8	22,30	8	23,62	8	24,93
9	19,71	9	21,02	9	22,33	9	23,65	9	24,96
1,0760	19,73	1,0810	21,04	1,0860	22,36	1,0910	23,67	1,0960	24,99
1	19,76	1	21,07	1	22,38	1	23,70	1	25,01
2	19,79	2	21,10	2	22,41	2	23,72	2	25,04
3	19,81	3	21,12	3	22,43	3	23,75	3	25,07
4	19,84	4	21,15	4	22,46	4	23,77	4	25,09
5	19,86	5	21,17	5	22,49	5	23,80	5	25,12
6	19,89	6	21,20	6	22,51	6	23,83	6	25,14
7	19,92	7	21,23	7	22,54	7	23,85	7	25,17
8	19,94	8	21,25	8	22,57	8	23,88	8	25,20
9	19,97	9	21,28	9	22,59	9	23,91	9	25,22
1,0770	20,00	1,0820	21,31	1,0870	22,62	1,0920	23,93	1,0970	25,25
1	20,02	1	21,33	1	22,65	1	23,96	1	25,28
2	20,05	2	21,36	2	22,67	2	23,99	2	25,30
3	20,07	3	21,38	3	22,70	3	24,01	3	25,33
4	20,10	4	21,41	4	22,72	4	24,04	4	25,36
5	20,12	5	21 44	5	22,75	5	24,07	5	25,38
6	20,15	6	21,46	6	22,78	6	24,09	6	25,41
7	20,18	7	21,49	7	22,80	7	24,12	7	25,43
8	20,20	8	21,52	8	22,83	8	24,14	8	25,46
9	20,23	9	21,54	9	22,86	9	24,17	9	25,49
1,0780	20,26	1,0830	21,57	1,0880	22,88	1,0930	24,20	1,0980	25,51
1	20,28	1	21,59	1	22,91	1	24,22	1	25,54
2	20,31	2	21,62	2	22,93	2	24,25	2	25,56
3	20,34	3	21,65	3	22,96	3	24,27	3	25,59
4	20,36	4	21,67	4	22,99	4	24,30	4	25,62
5	20,39	5	21,70	5	23,01	5	24,33	5	25,64
6	20,41	6	21,73	6	23,04	6	24,35	6	25,67
7	20,44	7	21,75	7	23,07	7	24,38	7	25,70
8	20,47	8	21,78	8	23,09	8	24,41	8	25,72
9	20,49	9	21,80	9	23,12	9	24,43	9	25,75
1,0790	20,52	1,0840	21,83	1,0890	23,14	1,0940	24,46	1,0990	25,78
1	20,55	1	21,86	1	23,17	1	24,49	1	25,80
2	20,57	2	21,88	2	23,20	2	24,51	2	25,83
3	20,60	3	21,91	3	23,22	3	24,54	3	25,85
4	20,62	4	21,94	4	23,25	4	24,57	4	25,88
5	20,65	5	21,96	5	23,28	5	24,59	5	25,91
6	20,68	6	21,99	6	23,30	6	24,62	6	25,93
7	20,70	7	22,02	7	23,33	7	24,64	7	25,96
8	20,73	8	22,04	8	23,35	8	24,67	8	25,99
9	20,75	9	22,07	9	23,38	9	24,70	9	26,01

Sigue TABLA XXII

Peso específico a 15º/15º	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15º/15º	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15º/15º	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15º/15º	Gramos de extracto en 100 cm³	Peso específico a 15º/15º	Gramos de extracto en 100 cm³
1,1000	26,04	1,1030	26,83	1,1060	27,62	1,1090	28,41	1,1120	29,20
1	26,06	1	26,85	1	27,65	1	28,43	1	29,23
2	26,09	2	26,88	2	27,67	2	28,46	2	29,25
3	26,12	3	26,91	3	27,70	3	28,49	3	29,28
4	26,14	4	26,93	4	27,72	4	28,51	4	29,31
5	26,17	5	26,96	5	27,75	5	28,54	5	29,33
6	26,20	6	26,99	6	27,78	6	28,57	6	29,36
7	26,22	7	27,01	7	27,80	7	28,59	7	29,39
8	26,25	8	27,04	8	27,83	8	28,62	8	29,41
9	26,27	9	27,07	9	27,86	9	28,65	9	29,44
1,1010	26,30	1,1040	27,09	1,1070	27,88	1,1100	28,67	1,1130	29,47
1	26,33	1	27,12	1	27,91	1	28,70	1	29,49
2	26,35	2	27,15	2	27,93	2	28,73	2	29,52
3	26,38	3	27,17	3	27,96	3	28,75	3	29,54
4	26,41	4	27,20	4	27,99	4	28,78	4	29,57
5	26,43	5	27,22	5	28,01	5	28,81	5	29,60
6	26,46	6	27,25	6	28,04	6	28,83	6	29,62
7	26,49	7	27,27	7	28,07	7	28,86	7	29,65
8	26,51	8	27,30	8	28,09	8	28,88	8	29,88
9	26,54	9	27,33	9	28,12	9	28,91	9	29,70
1.1020	26,56	1,1050	27,35	1,1080	28,15	1,1110	28,94	1,1140	29,73
1	26,59	1	27,38	1	28,17	1	28,96	1	29,76
2	26,62	2	27,41	2	28,20	2	28,99	2	29,78
3	26,64	3	27,43	3	28,22	3	29,02	3	29,81
4	26,67	4	27,46	4	28,25	4	29,04	4	29,83
5	26,70	5	27,49	5	28,28	5	29.07	5	29,86
6	26,72	6	27,51	6	28,30	6	29,09	6	29,89
7	26,75	7	27,54	7	28,33	7	29,12	7	29,91
8	26,78	8	27,57	8	28,36	8	29,15	8	29,94
9	26,80	9	27,59	9	28.38	9	29,17	9	29,96

JUNTA DE INTERCAMBIO Y CANJE DE LIBROS Y REVISTAS PARA BIBLIOTECAS

2. Método directo.—Distínguense dos casos:

a) Si el extracto indirecto *E* calculado como se ha dicho antes no pasa de 3, la determinación directa se hace evaporando 50 cm³ de vino en una cápsula de platino tarada, al baño maría hirviente con una abertura de 60 mm de diámetro. Esta cápsula, de fondo plano, deberá tener 85 mm de diámetro y 20 de altura, con un peso de unos 20 gr. Cuando el residuo se ha hecho viscoso y poco flúido (y en este punto hay que atender continuamente a la marcha de la evaporación), se enjuga exteriormente la cápsula con papel de filtro, y se pone en una estufa de agua hirviente, sosteniéndola con un trípode de 1 cm aproximadamente de altura, por dos horas y media. Déjase luego enfriar y se pesa; el peso del extracto multiplicado por 20 da el extracto por litro.

b) Si el extracto *E* calculado indirectamente está comprendido entre 3 y 4, se deberá tomar mediante una bureta un volumen de

vino tal que no dé más de 1,5 gr de extracto, y se diluirá mediante agua destilada hasta un volumen de 50 cm^3. El volumen de vino que se ha de tomar con tal fin se calculará dividiendo 150 por el valor de *E* hallado en la tabla. El vino, diluído del modo antedicho, se evapora en cápsula tarada procediendo como se ha descrito en *a*, y del peso de extracto hallado se deduce el extracto por litro de vino, mediante una proporción.

Este procedimiento está prescrito por los Métodos oficiales italianos (1905). [Los Mét. of. españoles (pág. 245) prescriben el método indirecto, reservando el directo para estudios especiales.]

La determinación del extracto requiere la atenta y exacta ejecución del método indicado, para obtener, en los diversos ensayos, valores comparables entre sí. Algunas de las substancias que componen el extracto del vino, además de alterarse por la acción del calor, tienen, como por ejemplo la glicerina, una elevada tensión de vapor, por lo que según la duración y las condiciones de la evaporación, pueden ser más o menos eliminadas. Por consiguiente además de la escrupulosa realización de la forma y las dimensiones de la cápsula, de la superficie de evaporación y de la cantidad de vino de que se parte, se recomienda que se emplee, para desecar completamente el extracto, una estufa de agua cuyos compartimientos tengan en su espacio interno las dimensiones de 10 cm de longitud y profundidad por 5 cm de altura, con una portezuela que tenga dos series de orificios de 2 mm de diámetro para el paso del aire y de los vapores.

Observando exactamente las prescripciones descritas, se obtienen resultados satisfactorios, porque la diferencia entre dos determinaciones no es superior a 0,03-0,04 gr (0,6-0,8 gr por litro). En general, el valor del extracto determinado directamente es algo inferior al calculado por el método indirecto. Para los vinos comunes esta diferencia oscila entre 0,8-1,0 gr por litro.

5. Determinación de las cenizas

Las cenizas del vino contienen principalmente sales de potasio, magnesio, calcio, sodio, aluminio y hierro; ácidos carbónico, fosfórico, sulfúrico, clorhídrico y silícico. Determínanse mediante uno de los siguientes procedimientos:

a) Si se ha determinado el extracto directamente se emplea el extracto seco obtenido; de otra suerte se evaporan a sequedad en una cápsula de platino 50 cm^3 de vino y se incinera el residuo. A este fin, dicho residuo se carboniza primero con mucha atención, mediante una pequeñísima llama, y se coloca en el horno de una mufla fría, que se calienta gradualmente hasta el rojo obscuro incipiente. Debe procurarse no exceder de esta temperatura, a fin de evitar la fusión de las cenizas y las consiguientes eventuales pérdidas por volatilización. En general es fácil quemar completamente el carbón, mas si la incineración no se lograse fácilmente, no habrá que aumentar la temperatura de la mufla, sino que bastará, después de haber dejado enfriar la cápsula, humedecer el residuo carbonoso

con un poco de agua, evaporar a sequedad, y calentar otra vez al rojo apenas naciente, y repetir el tratamiento si fuese preciso.

Completada la incineración se deja enfriar la cápsula en desecador y se pesa rápidamente. Del peso de cenizas obtenido se deduce el que corresponde a 1 litro de vino.

b) Si el vino contiene una cantidad de extracto seco por litro no superior a 30 gr, puede utilizarse el extracto obtenido directamente; para los vinos con una cantidad de extracto mayor se evaporan 50 cm^3 del vino originario y sobre el extracto se determinan las cenizas.

En todo caso la cápsula con el extracto se pone sobre una hoja de amianto y con llama pequeña se comienza la desecación del extracto, evitando pérdidas. Completada la desecación sobre el cartón de amianto, se pone la cápsula directamente sobre la llama, se carboniza el extracto, se extrae con agua, filtrando el extracto acuoso a través de un filtro pequeño sin cenizas, se quema todo el carbón y luego en la misma cápsula se vierte el extracto acuoso junto con el filtro.

Se evapora al baño maría hasta sequedad, se deseca en baño de amianto o en baño de aire, se calcina con precaución al rojo obscuro, se enfría, se tratan las cenizas con algunas gotas de una solución saturada de carbonato amónico, se evapora de nuevo a sequedad, se calcina otra vez al rojo obscuro, se enfría en desecador y se pesa.

Este último procedimiento es el prescrito por los *Métodos oficiales italianos* (1905). [Los Mét. of. españoles prescriben el primer método *a*, además del electroquímico de Dutoit y Duboux.]

6. Determinación de la alcalinidad total de las cenizas

Es debida principalmente al carbonato de potasio formado por la calcinación del bitartrato de potasio.

Las cenizas obtenidas en la precedente determinación, se tratan con un poco de agua hirviente y se pasan completamente a un matracito. Se agregan dos gotas de fenolftaleína y 50 cm^3 de ácido clorhídrico $\frac{1}{10}$ N, se calienta hasta incipiente ebullición, y se mantiene tal temperatura por 3-5 minutos agitando frecuentemente. Déjase enfriar y se valora el exceso de ácido mediante hidrato sódico $\frac{1}{10}$ N.

La diferencia entre 50 y el número de centímetros cúbicos de hidrato sódico empleados representa los centímetros cúbicos $\frac{1}{10}$ N de ácido clorhídrico necesarios para neutralizar la alcalinidad de las cenizas. Esta diferencia así obtenida, dividida por 10 y referida a 1 litro de vino, da la alcalinidad de las cenizas de 1 litro de vino

expresada en centímetros cúbicos de álcali normal. Habiendo por ejemplo empleado 50 cm³ de vino, basta multiplicar por 2 la diferencia antes indicada. Si se quiere expresar la alcalinidad en carbonato potásico por litro se multiplican los centímetros cúbicos de álcali por 0,069.

Este procedimiento está prescrito por los *Métodos oficiales italianos* (1905).

Los valores obtenidos con el procedimiento descrito no representan exactamente la alcalinidad de las cenizas, sino que son algo menores. Esto es debido a la acción que el ácido fosfórico, presente en los vinos en estado de fosfato primario, ejerce, durante la incineración, sobre los carbonatos alcalinos. Por esto se ha propuesto (1) proceder a la determinación de la alcalinidad de las cenizas después de haber eliminado por precipitación el ácido fosfórico. Mas este procedimiento no se ha adoptado todavía en la práctica, y los datos bibliográficos que se tienen se refieren, en la pluralidad de los casos. al método antes descrito.

7. Determinación de la acidez

La acidez del vino es debida a ácidos orgánicos, algunos de los cuales son fijos, como el tartárico, el málico, el succínico; otros, como el acético, y además el fórmico, el butírico, el propiónico, que se hallan en mínimas proporciones, son volátiles; el ácido carbónico no va comprendido en la acidez del vino.

La acidez del vino se distingue en *acidez total, acidez volátil* y *acidez fija*, la cual representa la diferencia entre las dos primeras; se determinan por los siguientes métodos (2):

1. **Acidez total**.—Agítanse 25 cm³ de vino para expulsar el anhídrido carbónico eventualmente presente (para los vinos picantes

---

(1) Farnsteiner: *Zeitschr. Unt. Nahr. Genussmittel*, 1907, 13, pág. 305; 1908, 16, pág. 629.

(2) Recientemente se ha introducido un nuevo criterio para considerar la acidez de los vinos, poniéndola en relación con la cantidad o concentración de los hidrogeniones libres que contienen. Como es sabido, la cantidad de estos iones depende de la naturaleza de los ácidos, los cuales son tanto más fuertes cuanto más capaces son de disociarse cuando se hallan disueltos. Para la determinación de tal concentración de iones *H* en el vino, o *Energía ácida*, el método mayormente experimentado hoy está basado en la velocidad de inversión de la sacarosa por obra de los ácidos del mismo vino. Determínase ésta á la temperatura de 76°, obtenida con un baño de tetracloruro de carbono hirviente, y después de haber destruído la invertina. El vino, en el cual se disuelve una cantidad dada de sacarosa, se calienta a la temperatura señalada, y de la cantidad de sacarosa que resulta invertida en un tiempo dado, se deduce una constante de inversión, la cual representa la energía ácida del vino. Hasta ahora los datos que se poseen acerca de esta determinación están limitados a pocos vinos, por lo cual no es todavía posible deducir noción alguna de carácter general. Para más amplios detalles a este propósito, véanse las publicaciones especiales. Quartaroli: *Staz. Sper. agr. it.*, 1910, pág. 87; 1912, pág. 90; Dutoit y Duboux: *Analyse des vins par volumetrie phisico-chimique*, Lausanne, 1912; Paris: *Loco citato* en la nota de la pág. 244; Mensio y Garino: *Ann. d. R. Acc. d'agric. di Torino*, Vol. LVI.

es necesario un ligero caldeo al baño maría) y se valoran luego con potasa cáustica cuartinormal, ensayando al toque con un papel de tornasol muy sensible. Cada prueba al toque debe verificarse sobre el papel de tornasol seco. El número de centímetros cúbicos de potasa empleados se multiplica por 0,750 para tener la acidez total, calculada en ácido tartárico por litro de vino; para expresarla en ácido sulfúrico se multiplica por 0,49.

Este procedimiento está prescrito por los Met. ofic. italianos (1905), y con ligeras modificaciones en los españoles (1913).

2. **Acidez volátil.**—Esta determinación se lleva a cabo destilando el vino en corriente de vapor y valorando la acidez del destilado, según las siguientes normas:

Mídense 50 cm^3 de vino (o 25 cm^3 si el vino está agriado) y se diluyen con un volumen igual de agua en un matraz de fondo redondo de unos 250 cm^3 de capacidad y que se cierra con un tapón de caucho de dos orificios.

En un orificio se introduce un tubo de vidrio de unos 4 mm de diámetro, estirado en la parte inferior hasta 1 mm de diámetro, y que llega, hundiéndose en el líquido, hasta casi el fondo del matracito. Este tubo se enlaza a un generador de vapor, que se puede cómodamente substituir por un matraz provisto de tubos de seguridad, y que contenga al menos 1 litro de agua.

Por el segundo orificio se hace pasar otro tubo, provisto de bola de seguridad, enlazado a un refrigerante que desemboca en un matraz de unos 300 cm^3, provisto de una marca correspondiente al volumen de 200 cm^3.

Comiénzase a destilar el vino sin corriente de vapor, hasta haber reducido el volumen a 25 cm^3; entonces se admite la corriente de vapor (que no debe tener demasiada tensión a fin de evitar proyecciones del líquido) y se regula la destilación de modo que el volumen del líquido del matracito se mantenga siendo sensiblemente de 25 cm^3. Detiénese la destilación cuando se han obtenido 200 cm^3 de destilado, para lo cual se emplean 45 minutos.

El destilado se valora con una solución alcalina decinormal usando como indicador la fenolftaleína (1).

La acidez volátil se expresa en gramos de ácido acético por litro, multiplicando por 0,120 el número de cm^3 de solución alcalina decinormal requeridos para la neutralización del destilado de 50 cm de vino, o por 0,240 si se ha partido de 25 cm^3.

---

(1) La neutralización se ha alcanzado exactamente cuando una gota del álcali da una coloración netamente roja que persiste algunos instantes. Esta coloración desaparece al cabo de algún tiempo por la saponificación de los éteres del vino que han pasado al destilado.

Los *Mét. oficiales italianos* prescriben para esta determinación un método semejante al descrito, pero la destilación se prolonga hasta que el destilado ya no presenta reacción ácida. No quedando suficientemente precisado el término de la operación, los resultados son a menudo discordantes. [Los Mét. oficiales españoles (1913) además del procedimiento descrito admiten el de Mathieu, bastante más rápido.]

3. Acidez fija.—Determínase por diferencia. A tal fin, se multiplica la acidez volátil por 1,25 para referirla a ácido tartárico, y se resta el número así hallado de la acidez total calculada como se ha indicado precedentemente en 1; la diferencia expresará la acidez fija en ácido tartárico por litro de vino.

La acidez de un vino está en cierta relación con su grado alcohólico, y precisamente es tanto más débil cuanto mayor es la cantidad de alcohol del vino. Sobre esta verificación, probada por la experiencia, se han establecido por Halphen y Gautier reglas o normas encaminadas a descubrir un eventual *aguado* del vino. El modo de aplicar estas reglas se expone a continuación; pero por lo que respecta a su aplicación a los vinos italianos, parece ser que aun dando buenas indicaciones para la mayor parte de los vinos en cuestión, dejan de ser aplicables a los vinos de algunos territorios especiales (1).

Estas reglas o normas son las siguientes:

a) Regla de Halphen (*razón acidez : alcohol*).

Para aplicarla se determinan el grado alcohólico (en volumen) y la acidez fija del vino. A esta última, expresada en ácido sulfúrico y por litro, se suma la constante 0,7 (que corresponde al valor máximo de la acidez volátil en los vinos comunes normales), y la suma obtenida se divide por el grado alcohólico; el cociente representa la razón buscada (2).

Esta razón se confronta con la establecida por Halphen, a base de datos experimentales, y relativa al vino de la misma graduación alcohólica que el vino en examen. Los valores de estas razones entre la acidez y el alcohol establecidos por Halphen para los diversos vinos, en relación con su grado alcohólico, fueron representados mediante diagramas, que corresponden en su concepto a la siguiente ecuación:

$$x = 1{,}160 - 0{,}07\,y$$

siendo y el grado alcohólico del vino.

De la confrontación hecha, si la razón hallada en el vino es inferior a la calculada según esta ecuación, substituyendo en ella y por el grado alcohólico del vino, este vino será sospechoso de haber sido aguado.

Posseto e Issoglio se han ocupado de la *aplicación de esta regla a los vinos italianos*, y han establecido, a base de datos experimentales, el valor de la razón existente entre la acidez y el alcohol, recopilando los resultados obtenidos en la siguiente tabla:

---

(1) En algunas playas de la Emilia y en la llanura Toscana se producen vinos que poseen (Vid. Publicaciones del Ministerio de A. I. y C.: *I vini italiani*, Fasc. VI, Emilia; Fasc. VII, Toscana; Roma, 1914), además de una baja graduación alcohólica, una débil cantidad de ácidos; por lo tanto, para tales vinos, la aplicación de las reglas mencionadas exige ulteriores investigaciones.

(2) [Según los Métodos of. españoles de 1913 se procede así cuando la acidez volátil en ác. sulfúrico pasa de 0,70. Mas cuando es inferior a 0,70 se divide la acidez total por el grado alcohólico.]

Razón calculada entre la acidez y el alcohol

Grado alcohólico del vino	Fracciones de grado alcohólico del vino									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
15	0,110	—	—	—	—	—	—	—	—	—
14	0,180	0,173	0,166	0,159	0,152	0,145	0,138	0,131	0,124	0,117
13	0,250	0,243	0,236	0,229	0,222	0,215	0,208	0,201	0,194	0,187
12	0,320	0,313	0,306	0,299	0,292	0,285	0,278	0,271	0,264	0,257
11	0,390	0,383	0,376	0,369	0,362	0,355	0,348	0,341	0,334	0,327
10	0,460	0,453	0,446	0,439	0,432	0,425	0,418	0,411	0,404	0,397
9	0,530	0,523	0,516	0,509	0,502	0,495	0,488	0,481	0,474	0,467
8	0,600	0,593	0,586	0,579	0,572	0,565	0,558	0,551	0,544	0,537
7	0,670	0,663	0,656	0,649	0,642	0,635	0,628	0,621	0,614	0,607
6	0,740	0,733	0,726	0,719	0,712	0,705	0,698	0,691	0,684	0,677
5	0,810	0,803	0,796	0,789	0,782	0,775	0,768	0,761	0,754	0,747
4	0,880	0,873	0,866	0,859	0,852	0,845	0,838	0,831	0,824	0,817
3	0,950	0,943	0,936	0,929	0,922	0,915	0,908	0,901	0,894	0,887

Para emplear esta tabla se calcula, como se ha indicado antes, la razón entre la acidez y el alcohol del vino en examen y después se busca en la tabla cuál es la razón establecida para el vino del mismo grado alcohólico. El valor de esta razón se halla en la intersección de la línea correspondiente a las unidades del grado alcohólico y de la columna correspondiente a las décimas del mismo. Si el valor de la razón hallada en el vino es superior a la indicada en la tabla, el vino es normal; pero si es inferior se deberá sospechar el aguado. Esta sospecha será tanto más fundada cuanto más inferior sea la razón hallada a la señalada por la tabla, y particularmente, los dos autores citados opinan que el aguado es cierto cuando esta diferencia en menos es de 0,100 ó a lo más de 0,120.

EJEMPLOS: 1.º Un vino tiene un grado alcohólico de 10 y una acidez fija por litro, expresada en ácido sulfúrico, de 3,96; sumando a la acidez el valor 0,7 se obtiene 4,66, que dividido por 10 da una razón de 0,466. La razón indicada en la tabla para el vino de un grado alcohólico de 10 es 0,460. Siendo la razón hallada en el vino (0,466) algo superior a la establecida (0,460) para los vinos de la misma graduación alcohólica, el vino en examen se puede considerar como normal.

2.º Otro vino tiene un grado alcohólico de 9 y una acidez fija por litro, expresada en ácido sulfúrico, de 3,35. Sumando el valor 0,7 a la acidez fija, se obtiene 4,05, que dividido por 9 da una razón de 0,472. Buscando en la tabla el valor de la razón establecida para los vinos de un grado alcohólico de 9, se halla 0,530, superior a la hallada en el vino en examen (0,472), el cual, por consiguiente, será sospechoso de aguado.

3.º Otro vino tiene un grado alcohólico de 8 y una acidez fija sulfúrica por litro de 2,98. Sumando a la acidez fija el valor 0,7 se obtiene 3,68 que dividido por 8 da una razón de 0,460. Buscando en la tabla el valor de la razón establecida para los vinos de 8 grados de alcohol, se halla que es

de 0,600, y por lo tanto, superior a la calculada en el vino (0,460); además, siendo la diferencia en menos entre la razón correspondiente al vino y la prescrita por la tabla, de 0,140, superior a la máxima tolerancia señalada (0,120), el vino se debe considerar como aguado.

b) Regla de Gautier (suma alcohol + acidez).

Para aplicar esta regla se suma el alcohol total (1) contenido en 100 cm³ de vino con la acidez fija por litro expresada en ácido sulfúrico, más un décimo de la acidez volátil, también por litro y en ácido sulfúrico.

De esta suma se deben eventualmente restar:

1. La cantidad de ácidos extraños que resultasen agregados al vino, y expresados en ácido sulfúrico por litro.
2. La cantidad de alcohol que se presume proviene de una alcoholización del vino, calculada como se expondrá luego (V. Determinación de la glicerina).
3. El valor 0.20 por cada gramo de sulfato de potasio excedente de los 2 gr.

Según Gautier, el valor de la suma alcohol + acidez variaría entre un mínimo de 13 y un máximo de 17, de suerte que siempre que resultase inferior a 12,5 se tendría un indicio de haber sido aguado el vino.

EJEMPLOS: 1.° Un vino común seco tiene un grado alcohólico de 10 y una suma de la acidez total más un décimo de la volátil por litro y en ácido sulfúrico de 4,20. La suma alcohol más acidez es de 14, 20, es decir, superior a 12,5, y por lo tanto el vino puede considerarse como normal.

2.° Otro vino tiene 8 por 100 de alcohol y 3,36 de acidez. Su suma de 11,36, es en este caso inferior a 12,5: por lo tanto el vino está aguado.

8. Determinación del ácido tartárico total

Precipítase en forma de bitartrato de potasio mediante la adición de un exceso de una sal de potasa, y se valora su solución con álcali $\frac{1}{4}$ N.

100 cm³ de vino se tratan en un vaso con 2 cm³ de ácido acético glacial, 0,5 cm³ de una solución de acetato de potasio al 20 por 100 y 20 gr de cloruro de potasio puro y pulverizado. Agítase largo tiempo para disolver este último y se agregan 20 cm³ de alcohol de 95°. Agítase más, activando la precipitación del bitartrato potásico frotando enérgicamente las paredes del vaso con el extremo de una varilla de vidrio, y al cabo de 15 horas de reposo a la temperatura de unos 15°, se filtra por un crisol de Gooch preparado con amianto, vertiendo en él el líquido cuando la trompa de aspiración está ya funcionando. Lávase el vaso dos o tres veces con unos pocos centímetros cúbicos de una solución de 15 gr de cloruro de potasio en 25 cm³ de alcohol de 95° y 90 cm³ de agua, y con esta solución se

(1) El alcohol total viene dado por la suma del alcohol contenido en el vino y el que produciría la fermentación del azúcar aun presente; esta última cantidad de alcohol por ciento, se calcula multiplicando el peso del azúcar por ciento por 0,55.

lava también el precipitado cristalino y el crisol, empleando conjuntamente 20 cm³; a este fin se monta como frasco lavador un tubo de ensayo.

Pónese el crisol, después de haberlo lavado exteriormente, en un vaso que contenga agua caliente, y una vez disuelto por completo el precipitado, se quita el crisol, se lava con chorro de agua caliente, y se valora el líquido, en caliente, con sosa cáustica $\frac{1}{4}$ N, sirviéndose de papel de tornasol como indicador.

Al número de centímetros cúbicos obtenidos se agrega el valor 0,6 que representa la corrección debida a la solubilidad del bitartrato en los reactivos empleados, y se multiplica por 0,0375 para obtener los gramos de ácido tartárico total en 100 cm³ de vino, que se refieren luego a 1 litro.

Los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* (1905), en vez del ácido tartárico total, dan la determinación del crémor tártaro y la del ácido tartárico libre.

[Los *Métodos Oficiales españoles* (1913) prescriben el método Pasteur-Reboul y el electroquímico de Dutoit y Duboux.]

9. Determinación de los azúcares

Esta determinación, que se aplica principalmente a los vinos dulces, tiene por fin la valoración de los azúcares reductores, y en algunos casos de la sacarosa, si ésta ha sido agregada al vino. A este fin, se aplica el método óptico y el método químico (V. Capítulo Azúcares, Métodos generales), procediendo del modo indicado a continuación:

El ensayo polarimétrico se aplica a veces también a los vinos no dulces, para tener un indicio de la adición de dextrina o de glucosa comercial (pág. 269).

1. **Preparación de las soluciones y ensayos polarimétricos.**— En una cápsula de porcelana se vierten 100 cm³ del vino en examen y se neutralizan con una solución de potasa cáustica atendiendo a que el líquido no quede alcalino (1); se evapora el alcohol en baño maría, y el líquido restante se pasa a un matraz de 200 cm³, lavando la cápsula varias veces con agua, que también se vierte en el matraz. Agrégase un ligero exceso (unos 5 cm³) de solución de acetato básico de plomo, se deja sedimentar el precipitado formado y se agrega luego, gota a gota, una solución saturada de sulfato sódico en cantidad suficiente para precipitar el exceso de plomo. Habiéndose ase-

(1) Pudiendo hasta un ligero exceso de álcali producir una descomposición del azúcar, conviene, una vez lograda la neutralización exacta, agregar una gota de ácido acético diluído; esta debilísima reacción ácida no produce efecto alguno sobre la sacarosa que puede contener el vino.

gurado de que una ulterior adición de sulfato sódico no produce ya ningún precipitado, se diluye con agua hasta 200 cm³, se agita, se deja posar, y se filtra decantando el líquido en un filtro seco.

Una parte del filtrado sirve para la observación directa al sacarímetro y para la determinación de los azúcares reductores con el líquido de Fehling (v. más adelante); otra porción se somete a la *inversión*. A tal objeto, se toman 50 cm³ del mismo filtrado en un matraz de 100 cm³, se agregan 5 cm³ de ácido clorhídrico de peso específico 1,10, y se calienta en baño de agua mantenido a 68°-70° por ¼ de hora; enfríase rápidamente, neutralízase con potasa cáustica (es conveniente usar a tal fin una solución de potasa cuyo título corresponda exactamente al del ácido clorhídrico de peso específico 1,10), se completa el volumen con agua, y se filtra, si conviene, por un filtro seco.

Sobre ambos líquidos, antes y después de la inversión, se procede ante todo a las observaciones al sacarímetro de escala Ventzke, y los resultados se multiplican por 2 en el caso del líquido no invertido, por 4 en el caso del líquido invertido, para tener las polarizaciones P y P_1 antes y después de la inversión, referidas al líquido no diluído (1).

Si estas polarizaciones son iguales, no existe sacarosa, y en tal caso se procede a la determinación de los azúcares reductores como está indicado en el n. 2.

Pero si la polarización P_1 después de la inversión es menor (teniendo en cuenta el signo) que la P antes de la inversión, el vino contiene también sacarosa, la cual se calcula como está indicado en el n. 3.

2. **Determinación de los azúcares reductores.**—Esta determinación se lleva a cabo mediante el líquido de Fehling, siguiendo el método volumétrico y empleando en cada ensayo 10 cm³ de líquido de Fehling (5 cm³ de cada una de las dos soluciones) diluídos con 40 cm³ de agua.

La determinación se aplica al líquido no invertido, preparado como se ha dicho antes, y diluído, si es preciso, hasta tener una solución que no contenga más de 1 por 100 de azúcares reductores (de 0,5 a 1 por 100) de modo que no se necesiten más que 5 a 10 cm³ para reducir completamente la cantidad indicada de líquido de Fehling.

La dilución necesaria se puede deducir fácilmente (si no existe sacarosa) del tanto por ciento de extracto contenido en el vino, considerando que este tanto por ciento, rebajado en 2, da aproximadamente el tanto por ciento de azúcares reductores, y teniendo presente que en la preparación del líquido de que se parte, el vino ha sido ya diluído

(1) Las fórmulas dadas en este párrafo, en las cuales entran las polarizaciones, se refieren al uso de recipientes graduados en centímetros cúbicos Mohr.

hasta el doble. O bien, si no se ha determinado todavía el extracto, se procede a un ensayo preliminar, agregando gota a gota, mediante una pipeta graduada, al líquido de Fehling hirviente, un poco del líquido azucarado filtrado obtenido del vino por el procedimiento antes descrito, y manteniendo la ebullición hasta que el enturbiamiento de óxido cuproso formado haya tomado un color vivo, fácil de apreciar con la práctica, el cual indica que la precipitación del cobre es completa (lo que se comprueba filtrando algunas gotas del líquido hirviente, acidificándolas con ácido acético y ensayándolas con ferrocianuro potásico). De la cantidad de líquido azucarado empleado en esta prueba preliminar se deduce cuántas veces se debe diluir el mismo líquido para tener la solución apropiada a la determinación.

Establecido esto, se procede a tal dilución vertiendo con una pipeta o con una bureta el volumen necesario del líquido azucarado en un matraz de 100 cm^3 y agregando agua hasta el enrase; pásase el líquido así diluído a una bureta y se verifican diversas pruebas con el líquido de Fehling, usando distintas cantidades de la solución azucarada diluída, y procediendo del modo ya descrito (V. Azúcares, Métodos generales) hasta tener dos determinaciones que sólo se diferencien en $^1/_{10}$ de cm^3, y que sólo en una de ellas dé el filtrado indicios de cobre.

El promedio de estas dos determinaciones da el número a de centímetros cúbicos de líquido azucarado diluído necesarios para reducir completamente 10 cm^3 de líquido de Fehling diluídos con 40 de agua. Si se indica con n la dilución total a que se ha sometido el vino para obtener la solución azucarada diluída para la determinación Fehling, es decir, el número de volúmenes del líquido azucarado obtenidos de un volumen de vino, los azúcares reductores g en 1 litro de vino, calculados como azúcar invertido, vendrán dados por la fórmula:

$$g = \frac{51{,}5\, n}{a}.$$

El mismo método volumétrico descrito, salvo algunas diferencias en los detalles del procedimiento, está prescrito por los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* (1905), los cuales indican además el método ponderal con el uso de las tablas de Meissl (V. Cap. Azúcares, Métodos generales). [Los *Métodos Oficiales españoles* (1913) prescriben el método gravimétrico para las determinaciones exactas y el volumétrico para las aproximadas.]

Para ver si en los azúcares reductores hallados hay exceso de levulosa o de glucosa, se puede calcular la polarización teórica correspondiente al azúcar reductor hallado, considerado como azúcar invertido, mediante la fórmula:

$$x = -\frac{g\,(42{,}66 - 0{,}5\,t)}{274{,}19}$$

donde g es la cantidad de azúcares reductores por litro hallada con la fórmula precedente, y t la temperatura a que se ha determinado la polarización. Si la polarización P encontrada es mayor, o más dextrógira, que la calculada, hay exceso de dextrosa; si es menor, o más levógira, exceso de levulosa.

Pueden también calcularse las respectivas cantidades de levulosa l y de glucosa d por litro mediante las fórmulas (1):

$$l = \frac{10\,(0{,}3048\,g - P)}{9{,}278 - 0{,}04\,t}$$

$$d = g - l$$

donde P es la polarización del vino no diluído (teniendo en cuenta el signo).

Para la aplicación de estas fórmulas en el caso de la presencia de sacarosa, véase el n. 3.

En general los vinos normales contienen un ligero exceso de levulosa sobre la dextrosa, porque los procesos de fermentación actúan desigualmente sobre los dos azúcares, destruyendo preferentemente la dextrosa; aunque el caso contrario puede presentarse en algunos vinos genuinos, es muchas veces indicio de adición de glucosa o de dextrina (pág.269).

3. Determinación de la sacarosa.—La cantidad de sacarosa s por litro se calcula mediante la fórmula de Clerget:

$$s = 10 \times \frac{26{,}048\,(P - P_1)}{142{,}66 - 0{,}5\,t}$$

siendo P y P_1 las polarizaciones referidas al vino no diluído antes y después de la inversión (teniendo en cuenta los signos), y obtenidas en los ensayos polarimétricos como se ha expuesto en 1.

Compruébase luego el valor de s, determinando los azúcares reductores con el líquido de Fehling también en el líquido invertido, con el mismo método ya descrito en 2, buscando la diferencia entre los azúcares reductores por litro antes y después de la inversión, y multiplicando esa diferencia por 0,95.

Este procedimiento está también prescrito por los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* (1905).

En presencia de sacarosa, para conocer si hay exceso de levulosa o de glucosa, se debe calcular la polarización teórica para el

(1) Estas fórmulas han sido calculadas con los coeficientes de rotación de la glucosa y de la levulosa señalados en el Cap. Azúcares. Pero, usando los coeficientes adoptados en las fórmulas análogas indicadas por los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* (1905), que son las dadas también en los *Ann. del Lab. chim. Gabelle*, Vol. V, 2, pág. 433, no se tienen diferencias sensibles en los resultados.

líquido invertido, y confrontarla con la polarización P_1 hallada después de la inversión. Así también, para conocer las cantidades de glucosa y de levulosa de que está formado el azúcar reductor, se aplican ante todo a los resultados obtenidos sobre el líquido invertido las fórmulas expuestas en el n. 2. Pero como las cantidades así calculadas comprenden también la glucosa y la levulosa provenientes de la inversión de la sacarosa, para calcular la glucosa y la levulosa preexistentes, hay que restar respectivamente, de los valores obtenidos, la sacarosa hallada s, dividida por 1,90.

10. Reconocimiento de la dextrina y de la glucosa impura

El vino puede contener dextrina y otras substancias no fermentescibles (isomaltosa, etc.), ya a consecuencia de la adición de glucosa comercial, en la cual dichas substancias están contenidas como impurezas, ya por adición directa encaminada a aumentar el extracto. Su reconocimiento se verifica según las siguientes normas:

a) Si el vino contiene como máximo 1 gr de azúcar reductor por litro y es levógiro, inactivo, o cuando más desvía + 0,8 grados sacarimétricos (1) (+ 0,3 grados de círculo), no sufrió la adición de glucosa impura.

b) Si el vino contiene más de 1 gr de azúcar reductor por litro y desvía de + 0,8 a + 1,7 grados sacarimétricos, es probable que contenga dextrina u otras substancias no fermentescibles, pero ópticamente activas, que acompañan a la glucosa.

c) Si el vino contiene más de 1 gr de azúcar reductor por litro y desvía más de 1,7 grados sacarimétricos, se investiga la dextrina.

La *dextrina* se revela del siguiente modo:

Evapóranse 100 cm³ de vino hasta 5 cm³ y al residuo se agrega, agitando, alcohol de 90° hasta que deja de formar precipitado. Al cabo de dos hora se filtra; el precipitado se disuelve en 30 cm³ de agua y la solución se pasa a un matraz de unos 100 cm³. Agrégase al líquido 1 cm³ de ácido clorhídrico (D = 1,12), se cierra el matraz con un tapón provisto de tubo de vidrio de 1 metro de longitud y se deja el matraz por tres horas en baño maría hirviente, después de lo cual se neutraliza el líquido con sosa, se diluye hasta 100 cm³ y sobre este líquido se busca el azúcar reductor con el Fehling. Si hay reducción se deduce la existencia de dextrina, porque los cuerpos precipitables con alcohol de 90° existentes en los vinos naturales. por calefacción con ácido clorhídrico, no dan azúcares.

Las *impurezas* que acompañan a la glucosa se descubren del siguiente modo:

---

(1) Los límites están expresados en grados sacarimétricos Soleil-Wentzke.

Evapóranse al baño maría 210 cm³ de vino hasta 1/3 del volumen; se trata el residuo con la cantidad de agua necesaria para obtener una solución aproximadamente al 15 por 100 de azúcar; se pasa a un matraz y se produce en éste la fermentación alcohólica con la inseminación de pequeñas porciones de fermento alcohólico fresco ópticamente inactivo. La fermentación se hace desarrollar a 20-25° C.

El líquido fermentado se trata con algunas gotas de solución de acetato potásico al 20 por 100 y se evapora en cápsula de porcelana al baño maría hasta formar un denso jarabe. El residuo se extrae, agitando, con 200 cm³ de alcohol de 90°; el líquido claro, se filtra, el residuo y el filtro se lavan con alcohol de 90°, el líquido alcohólico se destila en su máxima parte, después se evapora, y el residuo de la evaporación se diluye con agua hasta 10 cm³. Agréganse al líquido 2-3 gr de negro animal puro, se agita todo bien con una varilla de vidrio, se filtra el líquido decolorado en una probeta, se lava el residuo con pequeñas porciones de agua hirviente hasta que el volumen total del filtrado, enfriado a 15° C, haya adquirido el volumen de 30 cm³. Si este líquido da al sacarímetro una desviación mayor de + 1,4 grados sacarimétricos, el vino contenía glucosa de fécula. Si la desviación es de 1°,4 o poco menos, se lava el carbón con agua caliente, recogiendo 30 cm³ de filtrado y si este líquido es ópticamente activo, la desviación hallada se suma al número hallado con la primera observación. Será preciso un tercer lavado del carbón si la desviación obtenida con el segundo líquido llega a 1/5 de la obtenida en la primera observación.

Estos procedimientos están descritos en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* (1905).

11. Determinación de la glicerina

Procédese diversamente según se trate de vinos comunes que contengan poco azúcar o de vinos dulces.

1. **En los vinos comunes** (que no contengan más de 2 por 100 de azúcares. — Se evaporan al baño maría, en cápsula de porcelana de fondo redondo, 100 cm³ del vino, hasta reducirlos a unos 10 cm³; agréganse entonces 5 gr de arena cuarzosa no excesivamente fina, y lechada de cal preparada con 40 por 100 de hidrato de calcio, hasta reacción fuertemente alcalina, y se prosigue evaporando hasta la consistencia de una pasta blanda fácilmente removible con una varilla de vidrio. Al residuo así obtenido se agregan 50 cm³ de alcohol de 96°, y se calienta todo al baño maría, mezclando con una varilla de vidrio, con la cual se deben desprender de las paredes de la cápsula las porciones sólidas que se les adhieran, y triturarlas de modo que se forme una papilla homogénea. La formación de

estas costras sólidas se debe evitar en lo posible. Entonces se filtra por filtro de pliegues, recogiendo el filtrado en un matraz; lávase la cápsula y el filtro varias veces con alcohol de 96°, del cual se deben emplear en conjunto unos 150 cm³; se enlaza el matraz a un refrigerante, después de haber agregado algún gránulo de pómez para evitar sacudidas, y se destila el alcohol hasta que sólo quedan en el matraz unos 10 cm³ de líquido. Quítase el refrigerante, expúlsase el resto del alcohol al baño maría, y después de enfriar se disuelve el residuo siruposo en 10 cm³ de alcohol absoluto; luego se vierten en el mismo matraz 15 cm³ de éter anhidro, se deja sedimentar el precipitado formado y se filtra el líquido alcohólico etéreo límpido por un pequeño filtro en un pesafiltros tarado de boca ancha y de tapón esmerilado, lavando luego el matraz y el filtro dos o tres veces con pequeñas cantidades de una mezcla de 2 volúmenes de alcohol absoluto y 3 volúmenes de éter anhidro.

Pónese luego el pesafiltros en un baño maría caliente, y se evapora el disolvente, evitando que el líquido entre en ebullición; sécase en estufa de agua hirviente por una hora, tápase el pesafiltros, pónese a enfriar en un desecador y se pesa. El aumento de peso multiplicado por 10 representa la glicerina contenida en un litro de vino.

2. En los vinos dulces.—Síguese el método de G. Fabris (1) como se describe a continuación: Viértense 50 cm³ de vino en una cápsula de porcelana de fondo redondo, agréganse unos 5 gr de arena silícea no demasiado fina, y 6-10 gr de cal apagada en polvo finísimo y tamizado (2), agítase todo bien con una varilla de vidrio y se pone la cápsula en baño maría, donde se deja evaporar el líquido, agitándolo a menudo, especialmente cuando se ha vuelto muy denso. Desde este momento la evaporación debe ser muy vigilada, y se suspende cuando el contenido de la cápsula ha adquirido la consistencia de una papilla blanda, que se puede aún revolver fácilmente mediante la varilla de vidrio, con la cual se deben también poder desprender con facilidad las porciones más secas adheridas a las paredes de la cápsula; este punto se alcanza en general a las 2 horas de calefacción. Retírase entonces la cápsula del baño maría y se vierten en ella 30 cm³ de alcohol de 96° caliente; por medio de una espátula de hierro se desprenden cuidadosamente las porciones sólidas que quedan adheridas a la varilla y a las paredes de la cápsula y con una mano de mortero se amasa bien todo con alcohol, triturando con cuidado y todo lo posible el coágulo que se había formado al agregar el alcohol. Lávase la mano de mortero y la espátula con

(1) *Ann. Labor. chim. centrale Gabelle*, Vol. III, 1897, pág. 225.

(2) La cantidad de cal que ha de agregarse puede ser aproximadamente igual a la de los azúcares contenidos en los 50 cm³ de vino.

alcohol de 96° (30-40 cm^3), vuélvese la cápsula al baño maría y se calienta, agitando con la varilla, hasta que el alcohol comienza a hervir, pero evitando la ebullición, que sería fácil causa de pérdidas por proyección del líquido. Viértese el líquido aun caliente en un filtro seco y se lava la parte insoluble, dos o tres veces, por decantación, con alcohol de 96° caliente, procurando no verter nuevo líquido en el filtro hasta haberse agotado por completo el precedente y teniendo cubierto el embudo con un vidrio de reloj. Si la parte sólida no parece suficientemente pulverizada, se tritura nuevamente con la mano de mortero, y por fin se vierte en el filtro, donde se lava repetidamente con alcohol de 96° caliente, hasta que el volumen del líquido filtrado haya alcanzado unos 200 cm^3.

El líquido alcohólico, que se debe recoger en un matraz cónico de unos 300 cm^3, se destila al baño maría, agregando algunos fragmentos de pómez para evitar sacudidas, y haciéndolo hervir moderadamente. Terminada la destilación del alcohol, se pone el matraz abierto en un baño maría hirviente, y se deja hasta que el escaso líquido que en él había quedado haya tomado una consistencia de jarabe. Déjase enfriar y se vierten en el matraz, poco a poco y agitando, 10 cm^3 de alcohol absoluto, y después 15 cm^3 de éter anhidro, también poco a poco y agitando vivamente. Ciérrase el matraz con tapón de corcho y se deja en reposo hasta que el líquido queda límpido; luego se filtra a través de un filtro pequeño y seco, recogiendo la solución en un pesafiltros cilíndrico tarado, de unos 6 cm de altura y 4 cm de diámetro, provisto de tapón esmerilado. Lávanse matraz y filtro tres o cuatro veces con una mezcla de 2 volúmenes de alcohol absoluto y 3 volúmenes de éter anhidro, empleando en conjunto 15 cm^3, pónese el pesafiltros en un baño maría apenas tibio, para evaporar lentamente el éter, luego se eleva la temperatura del baño para expulsar el alcohol, pero sin provocar su ebullición; por fin, el pesafiltros con el residuo siruposo se pasa a una estufa de agua hirviente, donde se deja por una hora; enfríase en el desecador y se pesa. El peso hallado, multiplicado por 20, da el peso de la glicerina en un litro del vino analizado (1).

Si la cantidad de glicerina hallada excede de 0,5 por 100, conviene repetir la determinación partiendo de menor cantidad de vino, por ejemplo 25 cm^3.

Este procedimiento, salvo algunas variantes en los detalles, corresponde al indicado en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* [Los *Métodos Oficiales españoles* (1913) señalan el método de Trillat.]

La determinación de la glicerina tiene a veces importancia para deducir si un vino ha sido alcoholizado. Sábese, en efecto, que en la fer-

(1) Repitiendo sobre la glicerina así pesada el tratamiento con alcohol y éter, filtrando y evaporando del modo antes indicado, se deberá tener el mismo peso de glicerina.

mentación alcohólica regular de los azúcares del vino hay formación simultánea, junto a la del alcohol, de una cantidad proporcional de glicerina. Esta cantidad está representada por un mínimo de 7 gr hasta un máximo de 14 gr por cada 100 gr de alcohol. De suerte que si se introducen los valores a = alcohol en gramos por 100 cm³ de vino y g = glicerina en gramos por litro del mismo vino en la fórmula

$$x = \frac{100 \times g}{a \times 10}$$

se tendrá la llamada *razón x entre glicerina y alcohol* que deberá ser superior a 7 en los vinos no alcoholizados.

La cantidad x mínima de alcohol agregado en peso y por ciento se puede calcular mediante la fórmula

$$x = A - \frac{G \times 10}{7}$$

siendo A el peso en gramos de alcohol contenido en 100 cm³ de vino y G el peso en gramos de la glicerina hallada por litro. Mediante esta fórmula se obtiene, como se ha dicho, la cantidad mínima del alcohol adicionado, porque se basa en la razón mínima admitida entre la glicerina y el alcohol, es decir, la de 7 a 100. Claro está, por lo tanto, que un vino que tenga una razón glicerina-alcohol por ejemplo de 9, puede sufrir una limitada alcoholización, sin que ésta se revele por la razón citada.

EJEMPLO: Un vino contiene 8 gr de alcohol por cada 100 cm³ y 6,68 gr de glicerina por litro. La razón glicerina-alcohol será:

$$\frac{100 \times 6{,}68}{8 \times 10} = 8{,}3$$

que siendo superior a 7 indica que el vino no está alcoholizado.

El mismo vino alcoholizado contiene 10,5 gr de alcohol por cada 100 cm³, mientras la glicerina se ha mantenido casi en la misma proporción de 6,6 gr por litro. La razón glicerina-alcohol será:

$$x = \frac{100 \times 6{,}6}{10{,}5 \times 10} = 5{,}4$$

que siendo inferior a 7 indica que el vino ha sido alcoholizado.

12. Determinación de la intensidad colorante

Se efectúa esencialmente en los vinos tintos y en particular en los de coupage. A este objeto se emplea el vinocolorímetro de Salleron, mediante el cual se puede determinar, además de la intensidad, el tono del color; o bien otros colorímetros, como por ejemplo el de Duboscq, en los cuales se usa como término de confrontación ora un tipo de vino, ora una solución colorada, preparada artificialmente.

1. **Vinocolorímetro de Salleron.**—Este aparato (fig. 51) consiste en un soporte que lleva fijados diez discos de seda teñidos en tonos de colores diversos, que van del violeta rojo al rojo, y precisa-

mente violeta rojo, 1.°, 2.°, 3.°, 4.° y 5.° violeta rojo, rojo, 1.°, 2.° y 3.° rojo, y enfrontados a estos discos de color, otros diez discos perfectamente blancos. Sobre este soporte puede hacerse correr un aparato provisto de dos tubos inclinados 45°, que corresponden respectivamente y exactamente a las dos series de discos colorados y blancos.

Uno de estos tubos (*A*, en la fig. 51) corresponde a los discos de color; el otro (*B* en la fig. 51) a los discos blancos. Este último está constituído por un tubo exterior, con su extremo inferior obturado por un disco de vidrio, y un segundo tubo interior más pequeño, también cerrado por un disco de vidrio, y que puede atornillarse dentro del otro, de suerte que si se interpone entre los fondos de los dos tubos un líquido colorado, se le puede dar un espesor que corresponda a un tipo de color preestablecido. El espesor se puede medir con mucha exactitud, en milímetros y centésimas de milímetro, por medio de una escala milimétrica y un círculo graduado llevados respectivamente por uno y otro tubo.

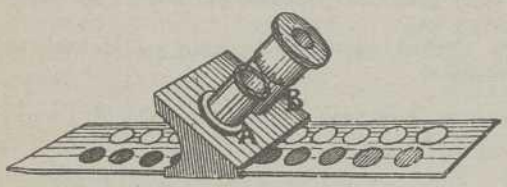


Fig. 51.

Para verificar una observación, se vierte el vino en el tubo correspondiente, hasta una señal grabada dentro del mismo, y se hace variar el espesor hasta obtener una intensidad de color lo más semejante posible a la de uno de los discos colorados, que se observa al mismo tiempo a través del otro tubo.

Se corre entonces el aparato a lo largo del soporte y se van observando sucesivamente los discos colorados que representan la gama colorimétrica de los vinos, hasta hallar el que posee el mismo tono. Entonces será también posible apreciar mejor la intensidad del color. Léese luego sobre el cilindro el espesor del vino, que viene dado en centésimas de milímetro, y al mismo tiempo se conoce el tono del mismo color.

Salleron, en su aparato, considera como tipo de unidad el vino que con un espesor de 300 centésimas de milímetro, posee una intensidad de color igual a la de uno de los matices de su escala vinocolorimétrica. De suerte que un vino, que examinado con el aparato descrito marca un espesor de 150 centésimas de milímetro, será de una intensidad colorante doble de la del tipo.

Las observaciones colorimétricas no deben hacerse con luz artificial.

2. **Colorímetro de Duboscq.**—Consta (fig. 52) de dos recipientes de vidrio, en cada uno de los cuales puede introducirse mediante un tornillo con cremallera, un cilindro macizo de vidrio. La luz refle-

jada en un espejo inferior atraviesa los dos recipientes y los cilindros en la dirección de sus ejes y llega a un sistema de dos prismas, mediante los cuales ilumina respectivamente las dos mitades del campo de un anteojo colocado superiormente.

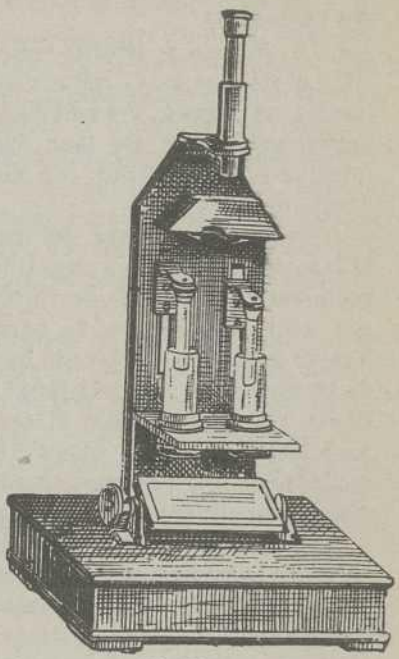


Fig. 52.

Los dos líquidos que se han de confrontar, es decir aquel cuya intensidad de color se quiere determinar y el elegido como tipo, se vierten en los dos recipientes, y bajando más o menos los cilindros de vidrio, se hace variar el espesor de las dos columnas líquidas que es atravesado por la luz, mientras una escala graduada situada en la parte posterior del instrumento permite leer el espesor de las dos columnas líquidas. Cuando las dos mitades del campo aparecen coloradas e iluminadas con la misma intensidad, los espesores de las dos columnas líquidas atravesadas por la luz son inversamente proporcionales a las respectivas intensidades de color. En el caso del vino, se usa, como líquido de confrontación, una solución de rojo de Burdeos al 1 por 1000. Para obtener datos seguros es necesario hacer al menos tres observaciones, variando los espesores de los dos líquidos, y tomar el promedio de los resultados.

El uso de los aparatos mencionados está indicado en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.*

13. Reconocimiento de las materias colorantes extrañas

1. En los vinos tintos.—Pueden estar estos vinos teñidos artificialmente con colores orgánicos artificiales (generalmente mezclas, como por ejemplo la Vinolina) o con colores vegetales.

a) Reconocimiento de los colores orgánicos artificiales. —Recúrrese a los ensayos de Arata, que es el más común, de Girard y de König (1). El método de Arata sirve para revelar todas las subs-

(1) Si se desea proceder a la identificación de las diversas substancias colorantes, se podrán seguir los métodos descritos más adelante, en el Cap. Substancias colorantes.

tancias colorantes orgánicas artificiales de naturaleza ácida; el método Girard para las de naturaleza básica y también para algunas de naturaleza ácida; y el método de König sirve para los derivados básicos (1).

1. *Método de Arata.*—Hiérvense moderadamente en un matraz 100 cm^3 de vino hasta reducir aproximadamente en $^1/_3$ el volumen del líquido; agréganse 2-4 cm^3 de ácido clorhídrico al 10 por 100 y $^1/_2$ gr aproximadamente de lana blanca de bordar bien desengrasada (mediante tratamiento con éter) y se prosigue la ebullición por 5 minutos.

Sepárase el matraz del fuego, viértese el líquido, sin dejar caer la lana, y ésta se lava repetidamente con agua fría, en el mismo recipiente. En seguida se vierten en éste 100 cm^3 de agua acidulada con ácido clorhídrico, se hace hervir por 5 minutos, se decanta el líquido y se repite el lavado hasta obtener un agua incolora después de la ebullición. Lavada luego repetidamente la lana con agua destilada fría, para eliminar el líquido ácido, se introducen en el matraz unos 50 cm^3 de agua y 10 gotas de amoníaco de D = 0,910 y se hierve moderadamente por unos 10 minutos, a fin de disolver el color artificial eventualmente fijado por la lana.

Decántase el líquido alcalino en otro matraz, dilúyese con un volumen igual de agua y se hierve hasta que los vapores que se desprenden ya no huelan a amoníaco; déjase enfriar un poco y se agrega a gotas tanta solución de ácido clorhídrico como convenga para que el líquido esté decididamente ácido, evitando, con todo cuidado, un exceso. Introducido luego en el líquido un hilo de lana blanca desengrasada, de 10-15 cm de longitud, se hierve por unos 5 minutos.

Si la lana así obtenida, cuidadosamente lavada con agua fría, está teñida de rojo bien perceptible, se puede asegurar que el vino fué teñido artificialmente con colores orgánicos artificiales, de carácter ácido, es decir con derivados azoicos y fucsinas sulfoconjugadas (vinolina, rojo Burdeos, etc.).

Pero si la coloración es débil o incierta, se trata ese hilo de lana con 50 cm^3 de agua y 10 gotas de amoníaco (D = 0,910), y operando idénticamente al procedimiento descrito, se fija el color sobre un nuevo hilo de lana de 6-8 cm de longitud. Si también en esta tercera fijación se obtiene una coloración roja, por débil que sea, será indicio seguro de la presencia de colores orgánicos artificiales.

A veces, especialmente con vinos naturales intensamente colorados, la segunda o tercera lana toman coloraciones amarillento-parduscas que no deben ser tenidas en cuenta.

---

(1) Algunas substancias colorantes artificiales experimentan con el tiempo, a veces en pocos meses, modificaciones y descomposiciones químicas que las decoloran y precipitan, dejando de ser posible hallarlas directamente en el vino.

2. *Ensayo de Girard.*—Neutralízanse 50 cm³ de vino con amoníaco al 10 por 100 (D = 0,960), se adicionan otros 5 cm³ del mismo amoníaco y se vierte el líquido en un separador cilíndrico de unos 100 cm³ de capacidad. Agréganse 15 cm³ de alcohol amílico y se agita lentamente, para evitar la emulsión, por unos 10 minutos. Déjase en reposo, viértese el líquido inferior al alcohol amílico, y se lava este último con agua por tres veces, empleando conjuntamente 100 cm³. Fíltrase luego el alcohol amílico a través de un pequeño filtro seco y se acidifica con ácido acético. Si el vino contiene colores orgánicos artificiales solubles, el alcohol amílico resultará, antes o después de acidificado, teñido decididamente en rojo, rojo anaranjado o rosado. Tampoco en este ensayo hay que dar valor a las ligeras coloraciones amarillas o amarillo-verdosas que a veces se obtienen con vinos naturales de intenso color.

3. *Ensayo de König.*—Neutralízanse 50 cm³ de vino con amoníaco al 10 por 100 (D = 0,960), agréganse otros 5 cm³ del mismo amoníaco y se hierve moderadamente con ½ gr aproximadamente de lana blanca desengrasada, hasta que el alcohol y el exceso de amoníaco hayan sido expulsados. Recógese la lana, y después de haberla lavado cuidadosamente con agua, se introduce en un tubo de ensayo que contenga 10 cm³ de una solución de potasa cáustica al 10 por 100 y se calienta al baño maría hasta que la lana queda disuelta.

Déjase enfriar, y el líquido pardo se vierte en un separador y se extrae con la mitad de volumen de éter sulfúrico, agitando moderadamente por unos 5 minutos. Déjase sedimentar, sepárase el estrato etéreo que se filtra a través de un filtro pequeño y seco, y se acidifica con ácido acético.

Si el vino es genuino, el éter se mantiene incoloro aun después de la adición del ácido acético; si el éter se tiñe antes o después de la acidificación, existían en el vino colores orgánicos artificiales de carácter básico (fucsina, etc.).

En los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* (1905) se dan los procedimientos n. 1 y 3 con pequeñas variantes en el modo de ejecución, y el procedimiento n. 2 substituyendo el amoníaco por la barita. Dan también otros procedimientos: tratamiento con cloruro mercúrico, o con óxido amarillo de mercurio (poco atendibles). [Para lo prescrito en España véanse los Mét. Oficiales de 1913.]

b) Reconocimiento de las substancias colorantes vegetales.—La verificación de la presencia de estas substancias extrañas ofrece especiales dificultades a causa de su analogía con la natural del vino. Los diversos procedimientos propuestos para descubrirlas pueden conducir a útiles conclusiones solamente cuando se apliquen en confrontación, tanto sobre un vino genuino del mismo tipo que el que se analiza, como sobre el mismo adicionado aproximada-

mente con la substancia colorante vegetal que se presume que existe (1).

2. En los vinos blancos.—Los vinos blancos pueden estar teñidos artificialmente con caramelo, o con colores orgánicos artificiales (sucedáneos del caramelo, caramelino). Los *colores orgánicos artificiales* se revelan del mismo modo que en los vinos tintos; a este respecto hay que señalar que los colores amarillos que generalmente se emplean para teñir los vinos no están constituídos por una substancia colorante única, sino generalmente por mezclas de un amarillo con un pardo, o con un rojo, y a veces con un azul. El *caramelo* se descubre de las siguientes maneras:

a) Con el paraldehido.—Viértense 10 cm³ de vino en una probeta alta y estrecha, con tapón esmerilado, se agregan 30 a 50 cm³ de paraldehido (según la intensidad de la coloración) y 15 a 20 cm³ de alcohol absoluto; agítase repetidamente de manera que los líquidos se mezclen completamente y se deja en reposo. Si el vino no contiene caramelo da un precipitado blanco; si lo contiene, el precipitado adherente, formado en 24 horas, está teñido de amarillo obscuro a pardo obscuro, según la cantidad de materia colorante extraña. Decántase el líquido superpuesto al precipitado, lávase éste con alcohol absoluto (para eliminar el paraldehido), disuélvese en un poco de agua caliente, fíltrase, y el filtrado, evaporado hasta 1 cm³ (2), se vierte poco a poco en una solución recién preparada de clorhidrato de fenilhidracina (2 partes de clorhidrato de fenilhidracina, 3 partes de acetato sódico y 20 partes de agua): no se obtiene precipitado alguno si el vino es puro, mientras que si en el vino se encuentra caramelo, ya en frío, pero mejor calentando al baño maría por brevísimo tiempo, se obtiene un precipitado blanco, que se deposita completamente a las 24 horas (3), en forma de una masa amorfa (que se disuelve en caliente en amoníaco y se precipita con ácido clorhídrico diluído).

Si el vino contiene pequeñas cantidades de caramelo, es conveniente, antes del tratamiento con el paraldehido, concentrarlo hasta mitad o un tercio, sobre ácido sulfúrico o al vacío, *pero no calentándolo*. En presencia de notables cantidades de azúcares, antes del tratamiento con clorhidrato de fenilhidracina, hay que redisolver y reprecipitar con el paraldehido el precipitado obtenido con el mismo, eliminando así la mayor parte de los mismos azúcares.

---

(1) Para estos procedimientos, consúltense las siguientes publicaciones: Possetto: *La Chimica del vino*; Gautier M. A.: *La sophistication des vins*; Girard Ch. y Sangle-Ferrière: *Analyse des matières alimentaires*; Bellier J.: *Ann. de Chim. Analyt.*, 1900, pág. 407.

(2) Del color del filtrado se puede ya inducir la dosis del caramelo agregado.

(3) Durante este tiempo es útil cubrir el líquido con una capa de 2 cm³ de éter, y volver boca abajo suavemente y varias veces el tubo: el éter disuelve completamente los productos resinosos pardo-obscuros formados, que impedirían observar la reacción.

Hay que observar que también los vinos genuinos pueden dar un precipitado al tratarlos con el paraldehido, pero este precipitado es blanco y no es precipitado por la fenilhidracina de su solución acuosa.

b) Con la albúmina.—Trátanse 10 cm³ de vino con 1 cm³ de solución de albúmina preparada filtrando clara de huevos frescos a través de un grueso paño de lana blanca, y diluyendo el filtrado con un volumen igual de agua alcoholizada al 15 por 100. El vino genuino da un fuerte enturbiamiento causado por la precipitación de la materia colorante del vino, y el filtrado está sensiblemente menos colorado que el vino. En cambio si un vino blanco muy colorado no produce enturbiamiento o lo produce muy escaso, y el filtrado no está sensiblemente menos colorado, se puede sospechar la adición de caramelo.

Los ensayos descritos deben ir acompañados, en los casos dudosos, de ensayos de confrontación hechos sobre vinos genuinos y adicionados de caramelo.

Los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* (1905) señalan los dos procedimientos expuestos, y además otro procedimiento al tanino.

[Los *Métodos Oficiales españoles* (1913), indican el método de Jagerschmid.]

14. Determinación de los sulfatos

Esta determinación puede hacerse para establecer si el vino ha sido enyesado por encima de los límites admitidos, o bien para valorar los sulfatos que contiene.

1. **Investigación del límite de enyesado.**—Según las disposiciones sobre Sanidad pública, en Italia, el enyesado de los vinos comunes, destinados al consumo, está tolerado hasta una cantidad correspondiente a 2 gr por litro de sulfato de potasio. Para investigar si este límite ha sido superado se prepara una solución de cloruro de bario capaz de precipitar exactamente de un volumen igual de vino, una cantidad de ácido sulfúrico correspondiente al límite señalado.

Reactivo.—Disuélvense 2,8 gr de cloruro de bario puro cristalizado ($Ba\,Cl_2 + 2\,H_2O$) en agua destilada, y después de haber agregado 60 cm³ de ácido clorhídrico (D = 1,1) se diluye la solución hasta 1 litro.

Modo de operar.—Procédese a un primer ensayo calentando hasta ebullición 50 cm³ de vino, agregando con una bureta 50 cm³ del reactivo y haciendo hervir de nuevo; déjase posar el precipitado y se filtra. A una porción del filtrado se agregan algunas gotas de la solución barítica: la aparición de un enturbiamiento, indica que el enyesado rebasa el límite normal. Si no hay enturbiamiento, sobre otra porción del filtrado se ensaya si produce precipitado una gota

de ácido sulfúrico diluído, lo que indicaría un enyesado inferior al 2 por 1000.

2. Determinación de los sulfatos totales.

a) Puede procederse a una determinación cuantitativa aproximada sirviéndose de la solución de cloruro de bario preparada para la investigación del límite de enyesado. A este fin, se miden 50 cm³ de vino y se agregan diversas cantidades de solución barítica, hasta obtener un filtrado que se mantenga sensiblemente límpido tanto por una gota de solución barítica como por una de ácido sulfúrico: de la cantidad de reactivo empleada en este último ensayo se deduce, con cierta aproximación, la cantidad de sulfatos presentes.

b) 100 cm³ de vino medidos exactamente en un vaso, se acidulan con 5 cm³ de ácido clorhídrico diluído. Caliéntanse a la ebullición, agrégaseles gota a gota una solución muy caliente de cloruro de bario al 10 por 100 hasta que deja de formar precipitado (1). Prosíguese con cuidado la ebullición por algún minuto, y por fin se deja el vaso, durante 6 horas, en un baño maría hirviente, cubriéndolo con un vidrio de reloj. Agrégase después una gota de la solución barítica al líquido perfectamente límpido para asegurarse de la completa precipitación del ácido sulfúrico, y se filtra el líquido, caliente todavía, lavando diversas veces el precipitado por decantación, con agua hirviente alcoholizada al 10 por 100 y ligeramente acidulada con ácido clorhídrico. Pásase el precipitado al filtro, prosiguiendo el lavado hasta que una gota del filtrado evaporada sobre un vidrio de reloj no deja residuo alguno, y se pone el embudo con el filtro en una estufa calentada a 100° para expulsar la mayor parte del agua.

Colócase el filtro, húmedo todavía, en un crisol de platino, se incinera con cuidado, y se calienta al rojo obscuro (sin emplear el soplete), y teniendo el crisol inclinado para favorecer el acceso del aire. Se deja enfriar en el desecador y se pesa.

El peso del sulfato de bario multiplicado por 0,7468 da el peso de sulfato de potasio correspondiente a 100 cm³ de vino. Este resultado se refiere luego a 1 litro multiplicándolo por 10.

Para mayor exactitud de esta determinación, en el caso de contener el vino notables cantidades de anhídrido sulfuroso, conviene eliminarlo, haciendo hervir por algún tiempo el vino en una atmósfera de anhídrido carbónico, después de haberlo fuertemente acidulado con ácido clorhídrico.

Estos procedimientos, salvo algunas variantes en los detalles, están prescritos en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.*

[Los Métodos Oficiales españoles (1913), además de los dos métodos expuestos con ligeras variantes señalan el método electroquímico de Dutoit y Duboux.]

---

(1) Generalmente bastan 10 cm³ de la solución de cloruro de bario, aun para los vinos fuertemente enyesados.

15. Determinación de los cloruros

Esta determinación puede hacerse para saber si al vino se le ha agregado sal en cantidad superior a la tolerada, o bien para valorar la cantidad de los cloruros presentes.

1. Investigación del límite de saladura.—La saladura tolerada en los vinos comunes no debe exceder de una cantidad de cloruros correspondientes a 1 gr de cloruro de sodio por litro (1). Para comprobar si este límite ha sido excedido se prepara una solución de nitrato de plata capaz de precipitar exactamente de un determinado volumen de vino la cantidad de ácido clorhídrico correspondiente al límite señalado.

Reactivo.—En un litro de agua destilada se disuelven 14,53 gr de nitrato de plata puro fundido (2).

Modo de operar.—Hiérvense cuidadosamente en un vaso 50 cm^3 de vino durante 2 ó 3 minutos. Retírase del fuego y se agregan agitando y poco a poco 2 cm^3 de ácido nítrico concentrado puro. Esta cantidad de ácido basta generalmente para que un vino fuertemente colorado tome un color amarillento; mas si no ocurriera así, se añadiría otra gota de ácido. Entonces se agregan 10 cm^3 de la solución argéntica, se agita y se deja enfriar; luego se filtra: si el filtrado da precipitado con el reactivo argéntico, el vino está salado por encima del límite admitido.

2. Determinación de los cloruros.—Trátanse en una cápsula de platino 50 cm^3 de vino con una solución de sosa cáustica hasta reacción ligeramente alcalina (3), se evapora a sequedad, y se incinera el residuo con precaución, siguiendo las normas expuestas en la pág. 259. Trátanse las cenizas con agua caliente acidulada con ácido nítrico, y en el líquido, que debe tener reacción netamente ácida, se determina el cloro.

a) Volumétricamente por el conocido método de Volhard. Agrégase un volumen determinado de solución de nitrato de plata $\frac{N}{10}$ en exceso respecto al cloro que ha de precipitarse, y se determina el

(1) El *Reg.* (italiano) *contra los fraudes en el comercio de los vinos* (1905), en su art. 4-d dice: Se considerarán vinos no genuinos los vinos que contengan cloruros, evaluados como cloruro de sodio, en cantidad superior al 1 por 1000, salvo los casos bien precisados de vinos provenientes de terrenos salobres, y en tales casos servirán de norma los datos hallados en los análisis de los vinos naturales de las localidades.

(2) Si se desea utilizar para el mismo fin, en vez de esta solución, una $\frac{N}{10}$ de nitrato de plata, bastará agregar 8,56 cm^3 a los mismos 50 cm^3 de vino.

(3) Se usará con ventaja la solución alcalina $\frac{N}{4}$ con que se ha determinado la acidez del vino, calculándose fácilmente el volumen necesario.

exceso, sin filtrar, por medio de una solución correspondiente de sulfocianuro de amonio, usando el alumbre férrico como indicador. La diferencia entre el volumen de solución de nitrato de plata agregado y el que queda, corresponde al cloro contenido en el ensayo.

1 cm³ de la solución $\frac{N}{10}$ de nitrato de plata corresponde a 0,003545 gr de Cl y a 0,0585 gr de cloruro de sodio.

b) Por pesada.—A la solución nítrica de las cenizas, filtrada; se agrega un exceso de solución de nitrato de plata y se procede según las normas clásicas de este método. Dividiendo el peso del cloruro de plata hallado por 2,453 se obtiene el cloruro de sodio contenido en el ensayo.

Estos procedimientos están prescritos en los *Met. uff. dei Lab. del Min.* etc. (1905). [Los *Métodos Oficiales españoles* indican un método volumétrico aproximado, empleando como indicador el cromato potásico, y el método electroquímico exacto.]

16. Investigación de los nitratos

Pueden seguirse los siguientes procedimientos:

1. Con la difenilamina. — Utilízase la reacción del ácido nítrico con la difenilamina disuelta en ácido sulfúrico, que se manifiesta con una coloración azul.

Reactivo.—Disuélvense 0,1 gr de difenilamina en 100 cm³ de ácido sulfúrico puro concentrado.

Modo de operar.—Tómanse en una cápsula de porcelana 100 cm³ de vino, cuya acidez se satura con un ligero exceso de cal apagada (1), se evapora a sequedad, se desprende en lo posible el residuo de las paredes de la cápsula, se agregan 30 cm³ de alcohol de 95°, se agita bien, y a los 10 minutos se filtra, recogiendo el filtrado en una capsulita de porcelana, y se evapora al baño maría. Agrégase al residuo 1 cm³ de agua destilada, y se deja caer cuidadosamente la mitad del líquido sobre la solución sulfúrica de difenilamina contenida en un ancho tubo de ensayo. Si aparece una coloración azul intensa, se diluye con agua el líquido restante y se repite este ensayo; así se adquiere un criterio sobre la cantidad de los nitratos.

Siendo la reacción sensibilísima es necesario asegurarse de que ninguno de los reactivos empleados contiene ácido nítrico.

Este procedimiento está prescrito en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* (1905), los cuales señalan también otro método de investigación del ácido nítrico, con el reactivo de Griess. [Los *Métodos Oficiales españoles* se fundan en la reacción de la difenilamina.]

---

(1) Preparada calcinando en crisol mármol de Carrara bien seleccionado e hidratando con agua destilada.

2. POR REDUCCIÓN A NITRITOS.—Está fundado en la reducción de los nitratos a nitritos, por acción del sulfato ferroso y ácido sulfúrico, y en la reacción colorada del ácido nítrico en presencia de engrudo de almidón yodurado.

Reactivos.—a) Engrudo de almidón yodurado. Deslíese 1 gr de almidón en 100 cm³ de agua y se calienta al baño maría, agitando hasta desaparición de grumos; agréganse 4 gr de cloruro de zinc puro y se prosigue calentando al baño maría hirviente por media hora. Déjase enfriar y se disuelve 1 gr de yoduro de potasio.

b) Solución saturada de sulfato ferroso, que antes del uso se hace hervir en presencia de un alambre de hierro y algunas gotas de ácido sulfúrico puro.

Modo de operar.—100 cm³ de vino se evaporan en un matraz hasta el volumen de 10 cm³, se deja enfriar y se agregan 6 cm³ de la solución saturada de sulfato ferroso, y 4 cm³ de ácido sulfúrico concentrado (1). Unese el matraz a un refrigerante vertical de unos 50 cm de longitud y se calienta con precaución y con una llama pequeña, evitando que la masa se hinche demasiado. El líquido que destila se recoge en dos o tres tubos bien limpios, en los cuales se han vertido 2-3 cm³ del engrudo de almidón yodurado, acidulado con 2 gotas de ácido sulfúrico diluído. Los tubos se mantienen inclinados a fin de que el destilado escurra a lo largo de las paredes. En presencia de nitritos, se forma un anillo azul en la zona de separación entre el engrudo y el destilado.

Este método puede asociarse al precedente en el caso de tratarse de vinos dulces, los cuales se hincharían notablemente en presencia de ácido sulfúrico. A tal fin, obtenido el líquido alcohólico como se dijo en el n. 1, se diluye con un poco de agua, se expulsa el alcohol y se destila en presencia de sulfato ferroso y ácido sulfúrico, prosiguiendo como se ha dicho en el n. 2.

17. Determinación del ácido fosfórico total

El fósforo existe en los vinos ya en forma de fosfatos de calcio, potasio, magnesio, etc., ya en forma orgánica, probablemente como glicerofosfato ácido de potasio y de calcio. La práctica del fosfatado, que se verifica a veces en substitución del enyesado, aumenta naturalmente la cantidad de fósforo.

Para la determinación del fósforo se puede seguir uno de los dos procedimientos siguientes:

1. COMO PIROFOSFATO DE MAGNESIO.—Este procedimiento está basado en la oxidación de la substancia orgánica del vino mediante

(1) El ácido sulfúrico debe estar exento de productos nitrosos: sirve bien a tal objeto el ácido obtenido por el método de contacto.

ácido nítricc y en la valoración del fósforo como pirofosfato de magnesio.

Reactivos.—a) Solución de molibdato de amonio preparada disolviendo 150 gr de esta sal en un litro de agua en frío, y vertiendo la solución en un litro de ácido nítrico de peso específico 1,2.

b) Mixtura magnesiana. Prepárase disolviendo en agua 68 gr de cloruro de magnesio y 165 gr de cloruro amónico, agregando 260 cm³ de amoníaco de peso específico 0,96 y diluyendo con agua hasta un litro.

Modo de operar.—200 cm³ del vino se evaporan en cápsula de porcelana, a fuego directo, hasta casi consistencia de jarabe, el residuo se trata con ácido nítrico (D = 1,14) y la solución se pasa a un matraz de medio litro, de modo que el volumen del líquido, con el ácido de loción, sea de 150 a 200 cm³. Evapórase cuidadosamente el líquido hasta pequeño volumen; viértense en el matraz otros 80 a 100 cm³ del mismo ácido y se prosigue la calefacción hasta casi sequedad. Repítese la adición de ácido nítrico en el caso de que el líquido sea pardo; déjase enfriar y se agregan 8-10 cm³ de ácido sulfúrico concentrado. Caliéntase, y entonces ocurre en seguida un fuerte desprendimiento de vapores rojos después de lo cual el líquido aparece obscuro: déjanse caer en el líquido enfriado algunas gotas de ácido nítrico concentrado, manteniendo el matraz algo inclinado.

Se vuelve a calentar el líquido, el cual o se mantiene claro o pronto se vuelve otra vez obscuro; en este último caso se agrega más ácido nítrico con cuidado, y se repite esta adición hasta que el líquido queda claro o ligeramente amarillento y perfectamente límpido. Una vez frío se agregan al pequeño volumen de líquido en el matraz (bien límpido e incoloro) 50 cm³ de agua destilada, y luego poco a poco amoníaco concentrado hasta reacción casi neutra, y por fin 100 cm³ de la solución molíbdica; se calienta al baño maría y se abandona por unas 6 horas en lugar caliente. Decántase luego el líquido en un filtro, lávase por decantación el precipitado, disuélvese en amoníaco concentrado y se filtra la solución amoniacal con el mismo filtro ya empleado, pero recogiéndola en otro vaso, y lavando con amoníaco diluído. Luego se adiciona con cuidado la solución amoniacal con ácido clorhídrico hasta que empieza a formarse un precipitado permanente, y después de enfriar se agregan 5 cm³ de amoníaco, y poco a poco y agitando, 10 cm³ de mixtura magnesiana, procurando no tocar, con la varilla, las paredes del vaso. Agréganse por fin 40 cm³ de amoníaco y se deja en reposo por un día. Fíltrase, lávase el precipitado con agua adicionada de amoníaco (1 parte de amoníaco de peso específico 0,96 y 3 partes de agua), se deseca y se calcina. El peso de pirofosfato de magnesio

obtenido de los 200 cm³ de vino, multiplicado por 3,18775 da el anhídrido fosfórico por litro de vino.

2. COMO FOSFOMOLIBDATO DE AMONIO.—Se procede sobre la solución nítrica de las cenizas separando el ácido fosfórico como fosfomolibdato amónico.

Reactivo.—40 gr de molibdato amónico pulverizado se disuelven en una mezcla de 320 cm³ de agua y 80 cm³ de amoníaco al 20 por 100 (D = 0,925) y se vierte esta solución en una mezcla fría de 480 cm³ de ácido nítrico al 30 por 100 (D = 1,18) y 170 cm³ de agua. El reactivo debe dejarse en reposo por algunos días en la obscuridad, antes de ser usado.

Modo de operar.—En una cápsula de platino se evaporan 50 cm³ de vino, adicionados de 1 gr aproximadamente de una mezcla de 1 parte de nitro y 3 partes de carbonato sódico; se carboniza el residuo, se lava el carbón con ácido nítrico diluído, se filtra el líquido ácido en un vaso, se lava el carbón con agua, y se incinera junto con el filtro en la misma cápsula después de haberlo secado bien en baño de aire, con objeto de facilitar la calcinación y evitar pérdidas por proyección. Humedécense las cenizas con ácido nítrico, trátanse con agua hirviente, y se filtra la solución en el mismo vaso en que se había recogido el primer filtrado ácido, lavando varias veces filtro y cápsula con agua caliente.

Este líquido ácido se evapora hasta el volumen de unos 10 cm³, se deja bajar la temperatura hasta 50°, y se agregan 50 cm³ de una solución de molibdato amónico preparada como se ha indicado y calentada a 45°-50°.

Al cabo de algún tiempo se agregan 7-8 gr de nitrato amónico, se agita para disolver la sal, y se calienta por una hora aproximadamente a 45°-50° C.

El precipitado de fosfomolibdato de amonio así obtenido, se recoge en un crisol de Gooch preparado con amianto y tarado, y se lava con agua acidulada con 1 por 100 de ácido nítrico (D = 1,18) hasta que una gota del filtrado, evaporada sobre un vidrio de reloj, no deja residuo; por fin se pasa el crisol a una estufa y se calienta a 70°-80° hasta peso constante.

El peso del fosfomolibdato de amonio multiplicado por el coeficiente 0,0378 da el correspondiente peso de anhídrido fosfórico, del cual con una proporción se deduce la cantidad de anhídrido fosfórico por litro.

El primer procedimiento está indicado en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* (1905); el segundo presenta la ventaja de ser bastante más rápido, siendo por otra parte sus resultados igualmente exactos. [Los *Métodos Oficiales españoles* (1913) prescriben la precipitación con nitromolibdato amónico.]

18. Investigación del ácido cítrico

Utilízase la reacción Dénigés procediendo del siguiente modo:

Reactivos.—a) Solución de sulfato de mercurio obtenida disolviendo en 100 cm^3 de agua y 20 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado, 5 gr de óxido de mercurio.

b) Solución de permanganato potásico al 2 por 100.

Modo de operar.—Trátanse 10 cm^3 del vino con 1 gr aproximadamente de bióxido de plomo, se agita y se agregan 2 cm^3 de la solución de sulfato de mercurio. Agítase nuevamente y se filtra. A 5-6 cm^3 del filtrado, calentado a la ebullición, se agrega una gota de la solución de permanganato, y una vez decolorado se agregan sucesivamente y del mismo modo otras 9 gotas. Los vinos normales dan sólo un ligero enturbiamiento, los acidificados con ácido cítrico dan un enturbiamiento intenso o un precipitado blanco coposo, cuando el ácido existe en cantidad superior o unos 0,5 gr por litro. Es conveniente proceder a ensayos comparativos de comprobación con vinos naturales y adicionados de cantidades conocidas de ácido cítrico.

[Este método está indicado en los Métodos Oficiales españoles de 1913.]

19. Investigación de los ácidos minerales libres

Se procede generalmente a esta investigación para el ácido sulfúrico, que es el más comúnmente adicionado a los vinos. El método que se sigue se basa en la diversa marcha de la variación de conductibilidad eléctrica que se verifica en un vino natural y en un vino adicionado de ácidos minerales, cuando se les agregan pequeñas cantidades de álcalis cáusticos. La adición de un álcali a un vino natural provoca el aumento de su conductibilidad, y en un vino adicionado de ácidos minerales provoca en cambio primero una disminución y sólo después, cuando todo el ácido libre queda saturado, se verifica el aumento. Para realizar esta investigación (1) se necesitan los siguientes aparatos y reactivos:

Aparatos.—1) Un puente de Wheatstone (modificación Kohlrausch) esquemáticamente representado en la figura 53, que comprende:

a) Un pequeño carrete de inducción *I*, provisto de un interruptor que puede vibrar muy rápidamente de suerte que dé un sonido semejante a un zumbido.

b) Un hilo de platino de unas $^2/_{10}$ de mm de diámetro, unifor-

(1) Bosco G. y Belasio R.—*Annali di Chim. Appl.* vol. V, pág. 233.

memente calibrado y tendido sobre una regla de 1 m de longitud, dividida en milímetros, sobre la cual puede correrse un índice *C* que sirve para establecer el contacto con el mismo hilo.

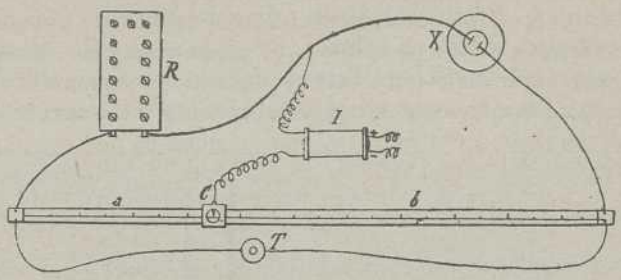


Fig. 53.

c) Una caja de resistencias *R*, exactamente calibrada.

d) Un pequeño receptor telefónico *T*.

2) Una cuba *X* formada por un recipiente cilíndrico de vidrio, de 3,5 cm de diámetro, cerrado con un tapón de ebonita, atravesado por un termómetro dividido en décimas de grado, y por dos tubitos de vidrio llenos de mercurio, a cuyos extremos están soldados a la

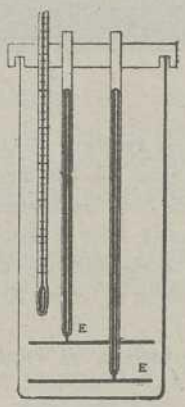


Fig. 54.

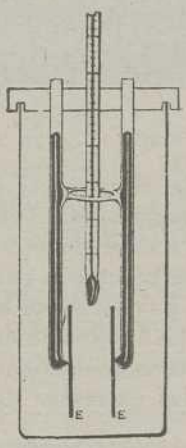


Fig. 55.

distancia de 1 cm aproximadamente dos eléctrodos *E E*, de platino platinado (1), los cuales pueden estar dispuestos horizontalmente (fig. 54) o verticalmente (fig. 55).

---

(1) Para obtener el platinado de los eléctrodos se sumergen en una solución de cloruro de platino al 3 por 100, que contenga 0,02 a 0,03 por 100 de acetato de plomo y se hace pasar una corriente continua de 0,2-0,3 Amp invirtiendo frecuentemente los polos. Los eléctrodos así platinados deben tener un color negro aterciopelado.

3) Un termostato, constituído por un baño de agua para mantener constante la temperatura del líquido contenido en la cuba, porque es condición esencial para la exactitud del ensayo, que las diversas lecturas se hagan a la misma temperatura.

Reactivos.—Una solución decinormal de hidrato potásico.

Disposición de los aparatos.—El modo como los diversos aparatos deben estar dispuestos está representado esquemáticamente en la figura 53. La corriente alterna procedente del carrete de induc-

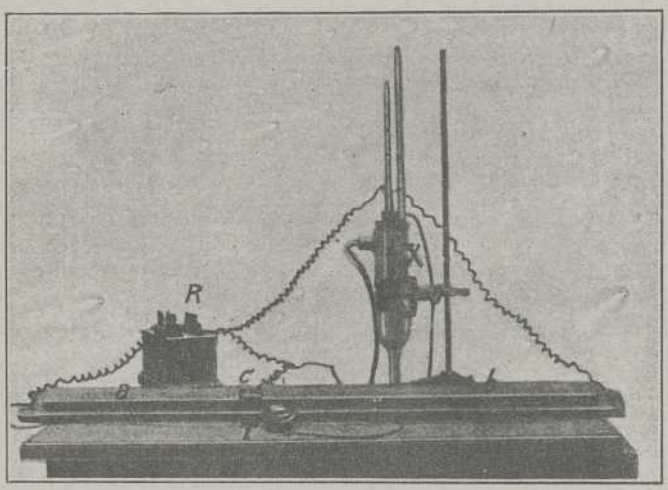


Fig. 56.

ción *I*, pasa al contacto *C* móvil sobre la regla y al conductor que pone en comunicación el reóstato *R* con uno de los reóforos de la cuba *X*, para ramificarse y dar lugar a dos corrientes derivadas, una de las cuales recorre la resistencia conocida *R* y el trecho *a* del hilo de medida, y la otra, por medio de dos alambres de cobre que se hunden en los tubitos de mercurio, atraviesa la cuba *X* y recorre el restante trecho del hilo de medida.

A los dos extremos de este hilo se enlaza el receptor telefónico *T*.

En su conjunto, la disposición de los aparatos está representada en la figura 56.

Modo de operar.—Agítase vivamente cierta cantidad del vino en examen para eliminar la máxima parte del anhídrido carbónico que puede hallarse presente, y después de algún tiempo de reposo, se miden exactamente 20 cm^3, que se introducen en un matracito tarado de 100 cm^3, y se completa el volumen con agua destilada. Del vino así diluído se toman 25 cm^3, y se introducen en la cuba atendiendo a que ninguna burbujita gaseosa se mantenga adherida a los eléctro-

dos. Dispónese luego la cuba en el termóstato, intercalándola en el circuito, y cuando la temperatura del electrólito llega a ser constante, se pone en marcha el carrete y se regula convenientemente la resistencia del reóstato, separando el número de clavijas requerido (en el caso de la cuba descrita, unos 150 ohmios), de modo que el receptor telefónico dé la menor intensidad de sonido cuando el índice movil se halle aproximadamente hacia la mitad de la regla. Léese entonces la exacta división de la regla correspondiente a ese punto. Extráese luego con cuidado la cuba del termóstato, después de haber quitado los reóforos, y se agregan al líquido, mediante la pipeta graduada, 0,1 cm³ de potasa cáustica $\frac{N}{10}$ haciendo de manera que el extremo de la pipeta venga a hallarse todo lo posible próximo a la superficie del líquido, tocando las paredes de la misma cuba. Agítase, siempre atendiendo a que ninguna burbuja quede adherida a los electrodos, se dispone nuevamente la cuba en el termóstato, y cuando el líquido ha tomado exactamente la misma temperatura que tenía al hacer la primera observación, se procede a la segunda lectura, y así se halla la nueva división de la regla a la que el teléfono da el mínimo de sonido. Siguiendo las normas indicadas, se procede a la adición de otra décima de centímetro cúbico de la solución alcalina, y se verifica una tercera lectura. Esta operación se repite cierto número de veces hasta haber logrado caracterizar bien las variaciones de conductibilidad provocadas por las diversas adiciones de reactivo.

Así se obtienen los sucesivos valores de *a*, es decir las distancias, expresadas en milímetros, comprendidas entre el extremo de la regla correspondiente al cero de la graduación, y los diversos puntos en que se ha obtenido el mínimo de sonido en las distintas lecturas.

Para conocer la marcha en la variación de la conductibilidad provocada por la adición del álcali, no queda más que calcular los valores de la razón $\frac{a}{b}$ en la que *b* es el complemento a 1000 de *a*. Para mayor comodidad, el valor de estas razones se halla resuelto en la tabla, que indica las razones correspondientes a los valores de *a* comprendidos entre 400 y 600 mm.

Para usar la tabla XXIII se buscan en la primera columna vertical las dos primeras cifras de los números leídos sobre la regla (correspondientes a los centímetros) y en la primera línea horizontal la última cifra leída (correspondiente a los milímetros). En el punto de intersección se halla el valor de la razón buscada.

Obtenidos así los valores correspondientes a las distintas razones $a : b$, se examinará si son siempre crecientes y en este caso el vino en ensayo no contiene ácidos minerales libres. En cambio, si

esos valores primero disminuyen, para aumentar sólo después de haber añadido la conveniente cantidad de reactivo, se deducirá que el vino contenía ácidos minerales libres.

TABLA XXIII. **Cálculo de las razones $\frac{a}{b}$**

cm	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
40	0,666	0,669	0,672	0,675	0,677	0,680	0,683	0,686	0,689	0,692
41	0,694	0,697	0,700	0,703	0,706	0,709	0,712	0,715	0,718	0,721
42	0,724	0,727	0,730	0,733	0,736	0,739	0,742	0,745	0,748	0,751
43	0,754	0,757	0,760	0,763	0,766	0,769	0,773	0,776	0,779	0,782
44	0,785	0,788	0,792	0,795	0,798	0,801	0,805	0,808	0,811	0,814
45	0,818	0,821	0,824	0,828	0,831	0,834	0,838	0,841	0,845	0,848
46	0,851	0,855	0,858	0,862	0,865	0,869	0,872	0,876	0,879	0,883
47	0,886	0,890	0,893	0,897	0,901	0,904	0,908	0,912	0,915	0,919
48	0,923	0,926	0,930	0,934	0,938	0,941	0,945	0,949	0,953	0,957
49	0,960	0,964	0,968	0,972	0,976	0,980	0,984	0,988	0,992	0,996
50	1,000	1,004	1,008	1,012	1,016	1,020	1,024	1,028	1,033	1,037
51	1,041	1,045	1,049	1,053	1,058	1,062	1,066	1,070	1,075	1,079
52	1,083	1,088	1,092	1,096	1,101	1,105	1,110	1,114	1,119	1,123
53	1,128	1,132	1,137	1,141	1,146	1,151	1,155	1,160	1,165	1,169
54	1,174	1,179	1,183	1,188	1,193	1,198	1,203	1,208	1,212	1,217
55	1,222	1,227	1,232	1,237	1,242	1,247	1,252	1,257	1,262	1,268
56	1,273	1,278	1,283	1,288	1,294	1,299	1,304	1,309	1,315	1,320
57	1,326	1,331	1,336	1,342	1,347	1,353	1,358	1,364	1,370	1,375
58	1,381	1,387	1,392	1,398	1,404	1,410	1,415	1,421	1,427	1,433
59	1,439	1,445	1,451	1,457	1,463	1,469	1,475	1,481	1,488	1,494
60	1,500	1,506	1,513	1,519	1,525	1,532	1,538	1,545	1,551	1,558

Si se quiere poner más de manifiesto la marcha de las variaciones de conductibilidad del vino, se puede representar gráficamente tomando las diferencias en el valor de la razón $a : b$ después de cada adición de reactivo sobre las ordenadas, y las cantidades de reactivo adicionadas sobre las abscisas de un sistema de coordenadas. El vino natural dará una línea ascendente; el vino con ácidos libres dará una línea primero descendente y luego ascendente.

EJEMPLOS: 1.° 25 cm³ de un vino tinto, diluído 1 : 5, presentaron en la lectura inicial un valor de a igual a 490 mm. Después de cada sucesiva adición de 0,1 cm³ de KOH $\frac{N}{10}$ se obtuvieron los siguientes nuevos valores de a, en milímetros: 495; 500; 505; 510; 516; 521; 527.

Los valores de las razones $a : b$ tomados en la tabla son los siguientes: 0,960; 0,980; 1,000; 1,020; 1,041; 1,066; 1,088; 1,114.

Como son siempre crecientes, indican que el vino no contenía ácidos minerales libres.

2.° 25 cm³ de un vino tinto, diluído 1 : 5, presentaron en la lectura

inicial un valor de *a* igual a 556 mm. Después de cada nueva adición de 0,1 cm³ de KOH $\frac{N}{10}$ se obtuvieron los siguientes nuevos valores de *a*: 554; 553; 552; 551; 551; 552; 554; 556; 559.

Los valores de las razones $a : b$ deducidos de la tabla son los siguientes: 1,252; 1,242, 1,237, 1,232, 1,227, 1,227; 1,232; 1,242; 1,252; 1,268.

Como son primero descendentes y después crecientes, indican que el vino contiene ácidos minerales libres. (En efecto, al vino se le habían adicionado 0,75 gr por 1000 de ácido sulfúrico).

Cuando todos los aparatos se tienen dispuestos, el ensayo es muy rápido y suficientemente sensible. Para el caso del ácido sulfúrico, por ejemplo, puede revelar la adición de cantidades superiores a 0,5 gr por 1000.

20. Investigación y determinación de las substancias antisépticas

Las substancias antisépticas más comúnmente empleadas para conservar los vinos son el anhídrido sulfuroso, el ácido salicílico, el ácido bórico, los fluoruros, el abrastol, el formaldehido, la urotropina. Su empleo está prohibido, a excepción del del anhídrido sulfuroso que está permitido entre ciertos límites. Búscanse, y si conviene se determinan, por los siguientes métodos.

1. **Anhídrido sulfuroso.**—Su determinación se funda en la transformación del anhídrido sulfuroso en ácido sulfúrico en presencia de una solución acuosa de yodo y en valorar el yodo exigido por dicha oxidación o el ácido sulfúrico formado. Debe tenerse presente que el anhídrido sulfuroso se oxida con gran facilidad en contacto del aire, por lo que debe ser determinado en cuanto se abre la botella y sin filtrar el vino.

Procédese a esta determinación ya para examinar si el vino contiene una cantidad total de anhídrido sulfuroso superior al límite permitido (1), ya para saber si la cantidad de anhídrido sulfuroso que ha quedado libre excede de la tolerada (2).

a) Determinación del anhídrido sulfuroso total.

Reactivos. — 1. Solución $\frac{N}{20}$ de yodo, es decir que contenga 6,33 gr de yodo por litro; para disolver el yodo hay que agregar 9,5 gr de yoduro potásico por litro.

2. Solución de hiposulfito sódico que contenga 12,40 gr de la sal cristalizada ($Na_2 S_2 O_3 + 5 H_2 O$) por litro.

3. Engrudo de almidón preparado como está descrito en la página 510 del tomo I.

---

(1) Reg. para la aplicación de la ley (italiana) del 11 de julio de 1904 para combatir los fraudes en los vinos, 1905, Art. 4-c.

(2) Reg. cit.

El título de la solución de hiposulfito sódico respecto al yodo se verifica del siguiente modo: Pésanse exactamente 3,874 gr de bicromato potásico purísimo y se prepara una solución acuosa que se diluye hasta un litro. Mídense 20 cm^3 de esta solución y se agregan 10 cm^3 de una solución de yoduro potásico al 10 por 100 y 5 cm^3 de ácido clorhídrico (D = 1,1). Agítase, dilúyese con unos 100 cm^3 de agua, y se valora el yodo puesto en libertad mediante la solución de hiposulfito, usando como indicador el engrudo de almidón. Sabiendo que los 20 cm^3 de la solución de bicromato han liberado del yoduro potásico exactamente 0,2 gr de yodo, se calcula a cuánto yodo corresponde exactamente 1 cm^3 de la solución de hiposulfito. Conocido este valor, se comprueba la solución $\frac{N}{20}$ de yodo para determinar su título exacto.

Modo de operar.—Usase un matraz de unos 300 cm^3 de capacidad, de fondo redondo y cuello reforzado, cerrado por un tapón de caucho de tres orificios, por uno de los cuales se hace pasar un embudo de llave, por el segundo un tubo de vidrio que termina en punta y llega hasta casi el fondo del matraz, y por el tercero un tubo de vidrio enlazado a un refrigerante vertical de serpentín. El extremo del refrigerante está unido, con perfecto ajuste, a un tubo de bolas de 75 cm^3 de capacidad cada una, o a otro aparato de absorción.

Expúlsase completamente el aire del aparato, haciendo pasar por él, mediante el tubo que llega casi al fondo del matraz, una corriente de CO_2; introdúcense en el tubo de absorción 50 cm^3 de la solución valorada de yodo exactamente medidos, y por medio del embudo de llave se dejan caer en el matraz 100 cm^3 del vino en examen y 2 cm^3 de ácido clorhídrico concentrado prosiguiendo moderadamente con la corriente de CO_2; caliéntase con cuidado y se destila el vino hasta la mitad de volumen, sin interrumpir nunca la corriente de CO_2. La solución de yodo, que debe continuar siendo parda, y las aguas de loción del tubo de absorción se vierten en un vaso, y el líquido se valora con la solución de hiposulfito en presencia de engrudo de almidón.

El número de centímetros cúbicos de solución de hiposulfito empleados se resta del que ha sido necesario para reducir el yodo contenido en 50 cm^3 de la solución, y así se obtiene el número de centímetros cúbicos de solución de hiposulfito correspondiente al yodo reducido por el anhídrido sulfuroso. Conociendo el título de la solución del hiposulfito respecto al yodo, se calcula el número de centímetros cúbicos de solución de yodo reducidos por el anhídrido sulfuroso del vino. Multiplicando este número por 0,016 resulta la cantidad de anhídrido sulfuroso total existente en un litro de vino.

Si por la corriente demasiado viva del anhídrido carbónico se teme una pérdida de yodo, el líquido del tubo de absorción se vierte con las aguas de loción en un matraz que se enlaza a un refrigerante ascendente. Se hace hervir por un cuarto de hora y se precipita el ácido sulfúrico con cloruro de bario, observando las normas ordinarias. El peso del sulfato de bario multiplicado por 2,744 da el peso de anhídrido sulfuroso por litro de vino.

b) DETERMINACIÓN DEL ANHÍDRIDO SULFUROSO COMBINADO (1).— Determínase después de haber transformado, directamente en el vino, el anhídrido sulfuroso libre en ácido sulfúrico, mediante una solución de yodo.

Reactivos.—1. Una solución acuosa de yodo que contenga 2,5 gr de yodo por litro, disueltos mediante la adición de 3,5 gr de yoduro potásico.

2. Una solución de arsenito de sodio preparada disolviendo 1 gr de ácido arsenioso y 3 gr de carbonato sódico puro en 600-700 cm^3 de agua, calentando hasta disolución completa, y diluyendo la solución fría hasta un litro con agua destilada. La solución 1 de yodo y la solución 2 de arsenito deben corresponderse por volúmenes iguales.

3. Una solución de yodo $\frac{N}{20}$, una solución de hiposulfito sódico $\frac{N}{20}$, y engrudo de almidón preparado como se ha dicho en *a*.

Modo de operar.—Sobre 10 cm^3 de vino se determina en primer lugar qué volumen de la solución n. 1 de yodo es aproximadamente necesaria para oxidar el anhídrido sulfuroso libre (indicador: engrudo de almidón). Si el vino es tinto y de color muy subido, se diluye convenientemente. Conocido ese volumen se miden 100 cm^3 de vino en un matraz dispuesto como en la determinación anterior *a*, se agregan 2 cm^3 de ácido clorhídrico concentrado, y después el volumen necesario de la solución de yodo. Espérase algunos minutos y se agrega un volumen de la solución de arsenito sódico correspondiente al de la solución de yodo empleada, y capaz por lo tanto de destruir la totalidad del yodo agregado. Determínase luego el ácido sulfuroso combinado y que no ha sido atacado por el yodo, procediendo como se ha descrito en *a*, y valorando por fin el yodo que ha quedado en el tubo de absorción, o determinando la cantidad de ácido sulfúrico formado.

c) DETERMINACIÓN DEL ANHÍDRIDO SULFUROSO LIBRE. — Se calcula por diferencia entre la cantidad de anhídrido sulfuroso total obtenida en la determinación *a* y la combinada obtenida según *b*.

---

(1) MATHIEU y BILLON, V. U. GAYON y J. LABORDE, Vins (París y Lieja, 1912), página 148.

Como comprobación se pueden determinar los sulfatos, ya en el residuo de la destilación en la determinación del anhídrido sulfuroso total *a*, ya en el del anhídrido sulfuroso combinado *b*. La diferencia entre estas dos cantidades representará los sulfatos correspondientes al anhídrido sulfuroso libre. Del peso de sulfato de bario multiplicándolo por 2,744 se deduce la correspondiente cantidad de SO_2 por litro.

Estos procedimientos que son los más recientemente estudiados, difieren algo de los indicados en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* (1905). [Los *Métodos Oficiales españoles* de 1913 prescriben como método exacto el de Mathieu y Billon aquí descrito, y señalan que así el SO_2 total como el libre se deben expresar en los boletines de análisis en gramos con tres cifras decimales.]

2. Acido salicílico.—Se utiliza la característica coloración violeta que da este ácido en presencia de una sal férrica, operando del siguiente modo:

En un agitador cilíndrico se introducen 50 cm^3 de vino, acidulados con algunas gotas de ácido clorhídrico diluído, y 50 cm^3 de una mezcla de volúmenes iguales de éter de petróleo y de éter sulfúrico, y se mezclan los líquidos, volviendo varias veces el agitador, pero evitando que los líquidos se emulsionen. Cuando el líquido etéreo se ha separado completamente, se filtra a través de un filtro seco, y se deja evaporar espontáneamente. El residuo seco se disuelve en algunos centímetros cúbicos de agua, agregando luego gota a gota una solución neutra de cloruro férrico diluída de modo que tenga un color apenas sensible (puede usarse también una solución diluída de alumbre férrico). Una coloración violácea bien perceptible revela la presencia de ácido salicílico.

Si la adición del reactivo férrico produce una coloración pardusca debida a la presencia del tanino pasado en disolución, y que puede enmascarar la del ácido salicílico, es necesario repetir la extracción, sobre el residuo obtenido, después de haberlo acidificado con algunas gotas de ácido clorhídrico diluído.

Este procedimiento corresponde al indicado en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.*, el cual prescribe, no obstante, como disolvente el sulfuro de carbono. [Los *Métodos oficiales españoles* de 1913 describen un método semejante, pero usando como disolvente la bencina cristalizable.]

Aunque algunos vinos naturales contienen substancias que pueden dar débilmente una coloración violeta, si se ha obtenido una *neta* reacción positiva con el procedimiento descrito, se podrá afirmar la presencia de ácido salicílico.

3. Acido bórico.—Utilízase la coloración rojo-anaranjada que toma la curcumina en presencia de una solución bórica acidulada con ácido clorhídrico.

a) Reconocimiento cualitativo.—50 cm^3 de vino se evaporan

en cápsula de platino y se incineran en presencia de carbonato sódico. La ceniza se trata con 5 cm³ de ácido clorhídrico diluído al 10 por 100 y en la solución se moja una tira de papel a la curcumina (1) la cual se deseca al baño maría sobre un vidrio de reloj. Si el papel toma un color rojo anaranjado, que pasa a azul negruzco con una gota de solución al 2 por 100 de carbonato sódico seco, existe ácido bórico.

Este ensayo no es sensible mas que en presencia de 1 mg al menos de ácido bórico en la solución clorhídrica. Por esto si el resultado es positivo, debe deducirse que el ácido bórico fué agregado expresamente al vino, por no poder ser debida la reacción a los indicios de ácido bórico que pueden hallarse en algunos vinos naturales provenientes de regiones volcánicas (hasta 0,002 gr por litro).

b) DETERMINACIÓN CUANTITATIVA.—Se procede por confrontación de la coloración dada por la solución clorhídrica de las cenizas en presencia de la curcumina, con soluciones que contienen cantidades conocidas de ácido bórico.

100 cm³ del vino se alcalinizan ligeramente con solución al 10 por 100 de carbonato sódico purísimo; se evaporan a sequedad al baño maría y se calcinan hasta quedar las cenizas perfectamente libres de carbón. Las cenizas se tratan con 5 cm³ de ácido clorhídrico diluído al 10 por 100 y la solución se vierte en un tubo de ensayo; la cápsula se lava con 15 cm³ de alcohol de 95° y se une este líquido al líquido precedente; por último se agregan 15 cm³ de ácido clorhídrico (D = 1,19) y se deja enfriar la mezcla. Una vez fría se trata la solución con 0,2 cm³ de solución alcohólica de curcumina pura al 1 por 1000 (2), se agita y se deja en reposo en la obscuridad por media hora. Entonces se observa el color de la solución, que varía, según la cantidad de ácido bórico, entre un rosa pálido y un hermoso rojo intenso. Si el ácido bórico no existe, el líquido queda teñido de amarillo.

Si el ensayo resulta positivo, se prepara una solución de ácido bórico al 1 por 100, y partiendo de cantidades determinadas de esta solución, que se tratan con las mismas cantidades de ácido, alcohol y curcumina indicadas en el ensayo, se forma una escala cromática hasta dar con una prueba que presente una coloración igualmente intensa que la de la solución en examen. Así puede establecerse la cantidad de ácido bórico contenida en el vino.

En el caso de que las cenizas, tratadas con ácido clorhídrico, revelen la existencia de una cantidad de hierro bastante elevada, conviene eliminar el hierro para tener resultados exactos. Para ello se procede del siguiente modo las cenizas, acidificadas con clorhídrico, se tratan con solu-

(1) Para la preparación de este papel, véase el Cap. Carnes, pág. 10.
(2) Véase la nota del Cap. Carnes, pág. 10.

ción de hidrato sódico hasta reacción alcalina, para precipitar el hierro; la mezcla se calienta, se filtra, se lava con agua hirviente hasta que el filtrado deje de tener reacción alcalina, el líquido se evapora a sequedad y sobre el residuo se prosigue el tratamiento antes descrito.

Estos procedimientos están indicados en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* [Los *Métodos oficiales españoles* de 1913 se refieren solamente al reconocimiento cualitativo, y aplican la reacción de coloración en verde de la llama de alcohol metílico.]

4. **Fluoruros.**—Descúbrense los fluoruros poniendo en libertad el ácido fluorhídrico, y caracterizandolo por su acción corrosiva sobre el vidrio, siguiendo las indicaciones de Blarez-Vandam (1) y procediendo del siguiente modo:

100 cm^3 de vino se tratan en frío con algunas gotas de una solución al 20 por 100 de sulfato de sosa, y con 10 cm^3 de una solución al 10 por 100 de acetato de bario. Agítase, déjase en reposo por 12 horas, con lo que se obtiene generalmente un líquido límpido, mientras se sedimenta un voluminoso precipitado; decántase entonces la mayor parte del líquido. Pero si el liquido decantado está aún turbio, se hierve, y luego se filtra en caliente. En ambos casos el precipitado que ha quedado en el fondo del recipiente se recoge en un filtro, que será el mismo eventualmente usado para filtrar el líquido. Este precipitado se lava con un poco de agua destilada, se seca en la estufa a 100°-110°, y se incinera con el filtro en un crisol de platino.

Agrégase entonces a las cenizas una o dos gotas de agua y algunas gotas de ácido sulfúrico concentrado; inmediatamente se aplica a los bordes del crisol un aro de goma y sobre éste una delgada placa de vidrio embadurnado en la superficie vuelta hacia el interior del crisol, con una capa de cera carnauba o de parafina de elevado punto de fusión, sobre la cual se habrá grabado con un estilete de madera una inscripción cualquiera. El aro de goma sirve para asegurar la adherencia completa entre los bordes del crisol y la placa de vidrio, por ser absolutamente necesario evitar la pérdida de vapores de ácido fluorhídrico. El crisol así preparado se pone sobre un cartón de amianto, que se calienta moderadamente con una pequeña llama por media hora aproximadamente. Para impedir la fusión de la parafina se pone sobre la placa de vidrio papel de filtro impregnado de agua, y sobre éste un vasito de vidrio delgado lleno de agua y trozos de hielo.

Transcurrida la media hora, se quita el vidrio, se calienta para fundir y eliminar la parafina, se limpia con un trapo suave, impregnado de éter de petróleo, y se observa si la inscripción ha quedado grabada sobre el vidrio. Si el vino contiene fluoruros agregados la

(1) *Ann. di chim. analyt.*, 1905, pág. 73; 1907, pág. 466. *Ann. des Falsifications*, 1909-2, pág. 160.

corrosión del vidrio aparecerá bien visible a simple vista y será persistente. No se dará valor a las imágenes que aparecen a veces dirigiendo el aliento sobre el vidrio para desaparecer a medida que el vidrio se seca.

Los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* (1905) dan un procedimiento análogo, pero precipitando con agua de cal. Además dan otros dos procedimientos: uno basado en la formación de fluoruro de silicio en presencia de sílice, y luego en la caracterización del ácido hidrofluosilícico formado en presencia de agua, convirtiéndole en sal de sodio y observándola al microscopio; y otro basado en la misma reacción y en la formación de la sílice gelatinosa por el fluoruro de silicio en presencia del agua. [Los *Métodos oficiales españoles* de 1913 dan el mismo procedimiento aquí descrito.]

5. Abrastol (β-naftolsulfonato de calcio).—Se reconoce descomponiéndolo, mediante prolongada ebullición con ácido clorhídrico, en sulfato de calcio, ácido sulfúrico y β-naftol, e identificando este último.

Hiérvense 200 cm^3 de vino, adicionados de 8 cm^3 de ácido clorhídrico, por una hora con refrigerante de reflujo, o bien se calienta por tres horas al baño maría. Después de enfriar, se agita el líquido con 50 cm^3 de éter de petróleo, se filtra el estrato etéreo y se evapora al baño maría a temperatura lo más baja posible. Disuélvese el residuo de la evaporación en 10 cm^3 de cloroformo, se pasa la solución a un tubo de ensayo, se agrega un trocito de potasa cáustica y algunas gotas de alcohol y se calienta a la ebullición por dos minutos. Si existe abrastol, éste, con el tratamiento precedentemente descrito, da origen a β-naftol, el cual con la potasa da una coloración azul intensa que vira rápidamente al pardo y luego al amarillo.

Si el vino contiene sólo pequeña cantidad de abrastol, el cloroformo se tiñe de verdoso, y el trocito de potasa solo se cubre de un tinte azul.

Este método está prescrito en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* [Los *Métodos oficiales españoles* de 1913 describen el siguiente procedimiento. En un frasco de 250 cm^3 se vierten 50 cm^3 de vino, 10 gotas de ácido sulfúrico y 25 gr de bióxido de plomo, se agita durante 5 ó 6 minutos, y se filtra en un filtro mojado; el líquido filtrado, que debe ser de una limpidez absoluta, se agita previa adición de 1 cm^3 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 gr 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 H_2SO_4 concentrado y se coloreará en verde si el vino contiene 0,02 gr o más de abrastol por litro.]

6. Formaldehido.—Búscase en las primeras porciones del destilado de 100 cm³ de vino, mediante las reacciones características del formaldehido (V. Cerveza, pág. 237).

Los vinos pueden también contener formaldehido procedente de la adición de urotropina (exametilentetramina) que sirve para desulfitarlos. En este caso se procede del siguiente modo: 50 cm³ de vino se acidulan con 10 gotas de ácido sulfúrico y se destila lentamente. Se desechan los primeros 10 cm³ de destilado y sobre los siguientes 20 cm³, divididos en dos porciones, se ensayan las reacciones del formaldehido.

21. Investigación de las substancias dulcificantes artificiales

Estas substancias dulcificantes artificiales son especialmente la sacarina (y los sacarinatos) y la dulcina o sucrol.

1. Sacarina.—Para el reconocimiento y determinación de esta substancia, que es la más comúnmente agregada a los vinos, se procede del siguiente modo:

250 cm³ de vino, medidos con un matraz graduado, se vierten en una cápsula de porcelana, se evaporan al baño maría hasta aproximadamente mitad de volumen, para expulsar el alcohol, y el residuo se pasa al matraz que ha servido para medirlo, lavando varias veces la cápsula con agua. El líquido, aun caliente, se acidifica con 3 cm³ de ácido acético concentrado, se enfría y se le agregan 20 cm³ de una solución de acetato neutro de plomo al 20 por 100 (1).

Abandónase aproximadamente por media hora, elimínase el exceso de plomo mediante la adición de 40 cm³ de una solución que contenga 10 por 100 de fosfato de sodio y 10 por 100 de sulfato de sodio; complétase el volumen de 250 cm³ mediante agua destilada, agítase, déjase posar el precipitado y luego se filtra por un filtro seco, recogiendo exactamente 200 cm³ de filtrado.

Este líquido se concentra al baño maría hasta unos 60-70 cm³, y se pasa a un embudo separador, donde se acidula con 10 cm³ de ácido fosfórico diluído (1 : 3), y se sacude enérgicamente con unos 100 cm³ de una mezcla en volúmenes iguales de éter sulfúrico y benzol cristalizable. Espérase que los dos estratos líquidos se hallen bien separados y se da salida al líquido acuoso inferior, recogiéndolo en un matraz. Con un suave movimiento rotatorio del embudo y sacudiéndolo ligeramente, se procura hacer caer en el fondo las gotitas acuosas ácidas que mojan las paredes, para reunirlas también con la porción acuosa ya eliminada. Viértese entonces la mezcla de éter y de benzol en otro embudo separador y se repite una o dos veces, sobre el líquido acuoso, el mismo tratamiento de extrac-

(1) A. Bianchi y E. di Nola: *Boll. Chim. Farmaceutico*, XLVII, pág. 559.

ción, reuniendo cada vez el líquido etéreo disolvente, con el de la primera extracción. Estos líquidos reunidos se lavan agitándolos enérgicamente con algunos centímetros cúbicos de agua, y después de la separación y la eliminación de esta, se filtran por doble filtro seco, recogiendo el filtrado en un vaso.

Destílase gran parte del filtrado, y el líquido restante se vierte en una cápsula de porcelana, lavando bien el matraz con algunos centímetros cúbicos de destilado, y se evapora a sequedad al baño maría. El residuo se disuelve en caliente en unos 50 cm^3 de agua destilada, y manteniendo siempre la cápsula en el baño maría hirviente, se deja caer gota a gota en ella una solución aproximadamente normal de permanganato potásico, agitando con una varilla. La adición del permanganato, que tiene por objeto destruir algunas substancias que pueden haberse extraído junto con la sacarina, se suspende cuando el líquido toma una coloración rosa persistente por algunos minutos.

El líquido obtenido con este último tratamiento se filtra, recogiéndolo en embudo separador, se acidifica con ácido fosfórico diluído y se agita enérgicamente con un volumen igual de éter sulfúrico. Procediendo del modo indicado, se repite esta extracción por dos o tres veces y los líquidos etéreos reunidos se lavan agitándolos con 3-4 cm^3 de agua. Eliminada el agua de loción, se vierte el líquido en un matraz, se destila la mayor parte y el residuo se pasa a una cápsula de vidrio tarada, lavando cuidadosamente el matraz con algunos centímetros cúbicos del destilado. Evapórase por fin, a suave calor, en baño maría, se pesa el residuo y se refiere a 1 litro multiplicando por 5.

Una vez pesado se ensaya el residuo para comprobar si presenta o no el sabor dulce característico y persistente de la sacarina. Si éste sabor falta, el vino no contenía sacarina, y en cambio si el residuo es dulce persistente, aunque ya se puede asegurar la presencia de una substancia edulcorante artificial, se procede a la identificación de la sacarina de las siguientes maneras:

a) Por el punto de fusión.—Si el residuo está en cantidad suficiente, se verifica el punto de fusión (que para la sacarina es de 224°), sometiéndola a una nueva cristalización si no fuera perfectamente incolora y cristalina.

b) Por transformación en ácido salicílico.— A este fin, se disuelve cierta cantidad del residuo dulce en algunos centímetros cúbicos de alcohol, y a este líquido alcohólico contenido en un tubo de ensayo, se agrega un pequeño trozo de sosa cáustica y se calienta en un baño de parafina, primero lentamente para expulsar el alcohol, después rápidamente hasta una temperatura de unos 260° que se mantiene por algun minuto. Déjase luego enfriar y el residuo se disuelve en un poco de agua. La solución se pone en un embudito

separador; se acidifica ligeramente, pero netamente, con ácido sulfúrico diluído, y se extrae el ácido salicílico así formado, sacudiendo el líquido con un volumen igual de éter sulfúrico. Evapórase cuidadosamente la solución etérea, y sobre el residuo se vierte una solución diluidísima y recién preparada de cloruro férrico. Si en el vino existía sacarina se obtendrá la coloración violeta característica dada por el ácido salicílico formado por acción del álcali sobre la sacarina.

c) Por el reconocimiento del azufre.—El azufre contenido en la sacarina (sulfimida benzoica) se transforma en ácido sulfúrico mediante fusión con nitrato potásico y carbonato sódico puro, y operando como sigue:

La restante porción de residuo dulce se trata con algunos centímetros cúbicos de una solución diluída de carbonato sódico; se filtra en cápsula de platino, se evapora a sequedad, se mezcla el residuo con 4-5 veces su peso de carbonato sódico en polvo y se vierte la mezcla poco a poco en el nitro fundido.

Una vez frío se trata el producto de la reacción con agua, se acidifica con ácido clorhídrico y en la solución se revela el ácido sulfúrico con el cloruro de bario.

El método expuesto sirve tanto para el descubrimiento de la sacarina, como de sus compuestos, entre los cuales los más usados son el sacarinato de sodio, el de amonio y el de magnesio.

El procedimiento indicado en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.*, aun estando basado en el mismo principio de extracción de la sacarina por medio de disolventes, es algo diferente del aquí expuesto, pero aquél, además de no dar un producto final tan puro, presenta a menudo el inconveniente de dar lugar a una emulsión entre el vino y el disolvente que dificulta la separación de este último. [También es algo diferente el procedimiento de Blárez descrito en los *Métodos oficiales españoles* de 1913.]

2. Dulcina.—Cuando quede excluída, con las reacciones antes indicadas, la presencia de sacarina, y el residuo de la extracción con la mezcla etéreobenzólica sea dulce, se procederá a la investigación de las demás substancias dulcificantes artificiales, y entre ellas la dulcina.

Para esta investigación, sobre otra porción de vino (250-500 cm^3) se sigue el mismo método usado para la extracción de la sacarina, hasta obtener el residuo de la evaporación de la mezcla de éter y benzol; en este residuo se identifica la dulcina por los procedimientos siguientes:

a) Una parte del líquido se calienta por breve tiempo y cuidadosamente con dos gotas de fenol y dos de ácido sulfúrico concentrado: el jarabe, de color rojo pardo, se diluye con algunos centímetros cúbicos de agua, se pasa a un tubo de ensayo, y se dejan caer sobre él algunas gotas de amoníaco o de lejía de sosa; en la

zona de contacto del líquido ácido con el alcalino se formará, si existe dulcina en el residuo, una coloración azul o azul violeta según se haya empleado amoníaco o sosa.

b) Otra porción del residuo se pone en suspensión en 5 cm³ de agua, se trata con 2-4 gotas de una solución de nitrato mercúrico (1) y se calienta por 5-10 minutos a la ebullición. En presencia de dulcina el líquido se vuelve violáceo; por adición de peróxido de plomo la coloración roja pasa netamente al violeta.

Según el procedimiento indicado en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* se hace la extracción del vino, después de haberlo evaporado a sequedad en presencia de carbonato plúmbico, con alcohol; la solución alcohólica se evapora, y el residuo seco se extrae con éter; la solución etérea se evapora y sobre el residuo se ensayan las reacciones *a* y *b* antes indicadas. [Casi lo mismo puede decirse de los *Métodos oficiales españoles* de 1913.]

22. Investigación y determinación de los metales extraños

Pueden hallarse en el vino metales procedentes de algunas prácticas enológicas no admitidas (aluminio, por el empleo de alumbre, bario, estroncio), o bien de recipientes en que el vino se ha guardado, o de las mezclas empleadas para combatir las enfermedades de la vid (cobre, plomo, zinc).

Su presencia puede revelarse en general por el análisis cualitativo de las cenizas, con los usuales métodos del análisis sistemático, pero luego se procede particularmente del siguiente modo:

1. Alumbre.—Suele agregarse alumbre a los vinos con objeto de avivar el color, de clarificarlos, y de comunicarles un sabor más astringente, y a menudo para enmascarar la adición de agua. Para determinarlo, se precipita el aluminio del alumbre en forma de hidrato, pesandolo luego como óxido Al_2O_3 (2).

500 cm³ de vino se evaporan a sequedad, y el residuo se carboniza. La masa carbonosa pulverizada se trata con ácido clorhídrico diluído y se hierve por algunos minutos. Fíltrase y lávase el residuo con agua caliente acidulada con ácido clorhídrico. El líquido filtrado recogido en cápsula de platino o de porcelana se calienta a la ebullición y se agrega un exceso de hidrato sódico purísimo.

Así quedan sin disolver el hidróxido de hierro y los fosfatos

---

(1) 1-2 gr de óxido amarillo de mercurio, recién precipitado, se disuelven en ácido nítrico, se tratan con solución de sosa cáustica hasta provocar una pequeña cantidad de precipitado, se diluye con agua hasta 15 cm³ y se decanta.

(2) En el examen de un vino en que se sospecha la adición de alumbre tiene notable importancia el análisis del sedimento que pueda presentar el vino, y en el que pasa a depositarse, con el tiempo, gran parte del aluminio, en forma de fosfato de aluminio insoluble.

alcalinotérreos, y se disuelve la alúmina. Después de un reposo conveniente al baño maría, se filtra y se lava con agua caliente, recogiéndolo en cápsula de platino o de porcelana. Al filtrado se agrega un exceso de cloruro amónico y se hierve por 2-3 minutos. Así precipita el aluminio en forma de hidrato, que se recoge en un filtro colocado en un embudo provisto de un pequeño cono de platino, y se lava con agua caliente que contiene disuelto un poco de cloruro amónico y amoníaco, ejerciendo hacia el fin del lavado una pequeña aspiración por medio de una trompa.

Disuélvese entonces el precipitado en un poco de ácido clorhídrico diluído y caliente y en la solución clorhídrica se precipita en caliente el hidrato de aluminio, con cloruro amónico y amoníaco Déjase en reposo y se filtra por decantación, recogiendo el precipitado en un filtro, lavando con agua caliente ligeramente amoniacal. Por fin se deseca, se calcina en crisol de platino al soplete por 10 minutos y se pesa.

Multiplicando por 2 el peso hallado resulta la cantidad de óxido de aluminio (Al_2O_3) contenido en un litro de vino, de la cual se resta la cantidad contenida en el normalmente (0,01-0,04 gr de Al_2O_3 por litro). El resto se calcula como alumbre.

Este procedimiento corresponde al de los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* [Los *Métodos oficiales españoles* de 1913 señalan un procedimiento cualitativo de Georges, muy sencillo, fundado en el enturbiamiento que producen en 10 cm^3 de vino, 2 cm^3 de solución de 3,40 gr de tanino puro por 100 y 4 cm^3 de solución al 24 por 100 de acetato de. sosa cristalizado.]

2. Plomo, cobre, zinc.—La rebusca de estos metales debe hacerse sobre una cantidad suficiente de vino, de 500 a 1000 cm^3. Evapóranse éstos hasta pequeño volumen, adiciónanse de un exceso de ácido clorhídrico, y calentando al baño maría, se va añadiendo clorato potásico por pequeñas porciones hasta tener un líquido decolorado cuanto sea posible. Este líquido, que contiene disueltos los metales expresados, en el caso de que existan, se somete en caliente, después de la conveniente dilución con agua, a la acción de una corriente de ácido sulfhídrico. Si se obtiene un precipitado, que contendrá los sulfuros de plomo y de cobre, se recoge en un filtro pequeño, mientras el líquido filtrado se conserva para buscar el zinc según *c*. Ese precipitado, lavado con agua sulfhídrica y secado, se calcina junto con el filtro en una capsulita de porcelana. El residuo, tratado con una pequeña cantidad de ácido nítrico (D = 1,2), se calienta ligeramente, se diluye con un poco de agua y se filtra, recogiendo el líquido en una capsulita de porcelana que se emplea para buscar el plomo como se describe en *a* y para buscar el cobre como se describe en *b*.

a) Investigación del plomo.—Al líquido filtrado se agregan

1 ó 2 gotas de ácido sulfúrico diluído, y se evapora hasta desprendimiento de humos blancos. Si existe plomo queda precipitado en forma de sulfato. Para confirmar su presencia, se recoge este precipitado, se disuelve en algunos centímetros cúbicos de una solución caliente y concentrada de tartrato amónico y se ensaya con cromato potásico.

b) Investigación del cobre.—El líquido filtrado obtenido de la separación del sulfato de plomo eventualmente presente, se alcaliniza con amoníaco. En presencia de cobre aparecerá una coloración azul más o menos intensa. Como confirmación se acidifica una parte de este líquido con ácido acético y se precipita el cobre mediante una gota de ferrocianuro potásico.

c) Investigación del zinc.—El líquido filtrado de la separación de los sulfuros de cobre y de plomo, se hace hervir hasta eliminación del hidrógeno sulfurado, y se agregan una o dos gotas de ácido nítrico para oxidar los vestigios de hierro presentes. Alcalinízase con amoníaco para separar los fosfatos, se filtra y el filtrado acidificado con ácido acético se divide en dos partes en una de ellas se ensaya la acción del hidrógeno sulfurado, que en presencia del zinc dará un precipitado blanco de sulfuro, y en la otra se ensaya la acción de una gota de ferrocianuro potásico.

Los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.* dan la investigación del cobre indicando el método electrolítico. [Lo mismo hacen los *Métodos oficiales españoles* de 1913.]

3. Bario y estroncio.—Las cenizas de 100 cm³ de vino, preparadas del modo conocido, se tratan con una solución diluída de ácido clorhídrico; la solución se filtra, se evapora a sequedad, y el residuo de la evaporación se examina al espectroscopio para descubrir el bario y el estroncio. Si existen, se determinan según los procedimientos conocidos.

Este procedimiento está prescrito en los *Met. uff. del Min. di A. I. e C.* Los *Métodos oficiales españoles* de 1913 prescriben la fusión de las cenizas con una mezcla de carbonatos sódico y potásico, tratar el producto con agua, filtrar y disolver en HCl la porción insoluble lavada la solución obtenida se examina al espectroscopio o se ensaya con sulfato cálcico.]

23. Examen microscópico

Practícase directamente sobre una gota del vino, si éste está muy turbio, o bien sobre una gota del sedimento obtenido por el reposo o la centrifugación. Con un aumento de 500 diámetros se buscan las zonas más convenientes para la observación, pero para el examen de las bacterias más pequeñas precisa un aumento de unos 1 000 diámetros.

Si se quieren fijar y teñir los fermentos, se procede del siguiente modo: Una gota del vino o del residuo, puesta en un portaobjetos, se evapora sobre una lámina de amianto calentada a 60°. El residuo seco se pasa rápidamente por sobre la llama de un mechero Bunsen, procurando no causar pardeamiento alguno. Déjase enfriar y se sumerge el porta por 5 minutos en una solución acuosa de fucsina o mejor de violeta de genciana preparada mezclando 10 cm^3 de una solución saturada de violeta en alcohol de 95° con 100 cm^3 de agua, y agregando 1 gr de fenol. Lávase luego cuidadosamente con agua, que se lleva el exceso de color, dejando adheridos al vidrio los microorganismos colorados.

De los diversos microorganismos causantes de las alteraciones y enfermedades de los vinos, sólo los que producen las *flores del vino* y el *avinagramiento* son identificables con seguridad.

Las *flores del vino* son debidas al Micoderma vini, que se presenta en forma elíptica con dos o tres vacuolas netamente visibles.

El *picado* o avinagramiento está causado por el Micoderma aceti, de forma oval, con una neta estranguladura en medio, que le da la semejanza a un 8. Es de dimensiones notablemente menores (unas 10 veces) que el precedente. A veces algunos individuos aparecen unidos formando cadena.

Respecto á los otros fermentos, que son causa de mucho más graves alteraciones del vino, como el *agridulce*, la *vuelta* y el *amargo* se está todayía en la incertidumbre con respecto a su identidad, porque de las últimas investigaciones, parece que esos microorganismos son capaces de diversas funciones, es decir, de transformar las substancias en varios productos, causando una u otra de aquellas enfermedades, según sus condiciones de vida.

En los vinos afectados de agridulce se notan principalmente bacterias cilíndricas, con extremos redondeados, de anchura 2μ, y longitud doble, a veces reunidos en cadena; en los vinos vueltos se hallan microorganismos en forma de bastoncitos o filamentos de aspecto rígido, a veces reunidos por el extremo, a veces doblados en codo; en los vinos afectados de la enfermedad del amargo se hallan bacilos de longitud 5μ-6μ, delgados, rígidos, a veces reunidos e incrustados por la materia colorante del vino.

***

Las *deducciones* que más importa poder hacer del análisis de un vino son las que conducen a establecer un criterio respecto a su *genuinidad*: y se llega más o menos seguramente a este fin según los tres casos siguientes:

a) Se posee una muestra de vino genuino para la confrontación.—En este caso basta proceder, ya en el vino en examen, ya en el vino tipo, a la determinación de los componentes que particularmente interesan según el objeto del análisis. Si los resultados obtenidos son idénticos, las

dos muestras se corresponden; pero si se halla alguna diferencia, el vino en examen habrá sufrido alguna manipulación, que estará claramente indicada por los mismos resultados. Por ejemplo: si se halla una deficiencia general y proporcional de sus componentes con respecto a los del vino tipo, quedará probado un simple aguado, del cual se podrá llegar a calcular fácilmente la proporción; en cambio, si junto con la adición de agua, se ha procedido, como de ordinario se practica, a la adición de ácido tartárico, resultará rebajado el grado alcohólico, pero no proporcionalmente la acidez; y así sucesivamente.

b) No se tiene la muestra genuina de confrontación, pero sí indicaciones sobre el origen y sobre la clase del vino.—En este caso los datos analíticos obtenidos serán considerados ya con respecto a la regularidad de algunas proporciones que existen entre los diversos componentes, ya por confrontación con los de los vinos genuinos del mismo tipo y provenientes del mismo territorio, o por lo menos de uno limítrofe, y a ser posible de la misma cosecha. Por esto el analista deberá tener a su disposición una colección lo más completa posible de los análisis de vinos seguramente genuinos de las diversas regiones, con los datos referentes al menos a los principales componentes del vino, es decir alcohol, acidez, extracto, cenizas y azúcares. Estos análisis son hoy bastante numerosos y en gran parte han sido practicados por los laboratorios químicos de los diversos Estados vinícolas (1).

c) No se tiene noticia alguna respecto al origen del vino.—En este caso es cuando el formar juicio presenta mayores dificultades, pues ha de estar basado solamente en los datos analíticos hallados. Habrá que considerar pues si estos valores son normales respecto a los generalmente admitidos, y además si las razones existentes entre ellos corresponden a las establecidas para los vinos genuinos.

En cada caso los criterios y las normas generales que hay que tener presentes al dar valor a los datos obtenidos del análisis de un vino son para los distintos componentes los siguientes:

Caracteres organolépticos.—El vino genuino y sano debe presentarse, después de un conveniente reposo, perfectamente límpido, de color neto brillante; debe tener el característico olor de vino, que no debe estar alterado por otros olores que denotarían enfermedades o defectos del mismo vino.

Alcohol.—La cantidad de alcohol contenida en los vinos varía entre límites bastante amplios; puede oscilar entre 6-7 por 100 y 16-17 por 100 en volumen.

La *adición de alcohol* a los vinos está prohibida (2). Podrá compro-

---

(1) Por lo que se refiere a los vinos italianos, el Min. de A. ha iniciado la publicación de un grandísimo número de análisis de los vinos que se producen en el Reino, practicados en sus laboratorios, y da noticia anualmente, en cuanto se termina la vendimia, de los grados glucométricos y acidimétricos verificados sobre numerosas muestras de uvas y de mostos.

[Por lo que respecta a España, las Estaciones enológicas llevan realizados un gran número de análisis sistemáticos cuyos interesantes resultados se conservan hasta la fecha en su mayor parte inéditos.]

(2) La legislación italiana (art. 2 del Reg. para la aplicación de la ley de 11 de julio del 904 contra los fraudes en la preparación y en el comercio de los vinos) admite solamente en los siguientes casos la adición de alcohol rectificado y puro:

1.° a los vinos destinados a la preparación del marsala y semejantes, en cantidad no superior a la naturalmente contenida en ellos.

barse ya por confrontación con el grado alcohólico de los vinos genuinos de la misma procedencia y tipo, ya, cuando falte ese dato, por la razón entre la glicerina y el alcohol. Y precisamente se podrá tener un útil indicio de la adición de alcohol a un vino cuando se haya comprobado la existencia de una cantidad de glicerina inferior a 7 gr por cada 100 gr de alcohol.

Extracto.—Varía en los vinos comunes entre límites bastante amplios, es decir entre un mínimo de 15 gr por litro y un máximo de 45 gr. El valor mínimo indicado se halla especialmente en los vinos blancos, mientras los tintos tienen en general un extracto algo más elevado, especialmente en las clases usadas para el coupage o mezcla. Para aumentar el extracto se agregan a veces al vino dextrina y glicerina.

Cenizas.—Las de los vinos comunes están en una proporción bastante regular, de aproximadamente 1 a 10, con el peso del extracto. Mayor proporción de cenizas puede ser debida a algunas manipulaciones que se hacen sufrir a los vinos, como el enyesado, la saladura, el fosfatado, la adición de sales alcalinas para corregir la acidez, de alumbre, de substancias minerales impuras (caolín, tierra de España) usadas como clarificantes (1).

Alcalinidad total de las cenizas.—Esta alcalinidad expresada en centímetros cúbicos de álcali N por litro, está por término medio en relación con las cenizas de un litro en la proporción de 10 a 1. Un valor bajo de la alcalinidad de las cenizas puede ser indicio de algunos tratamientos aplicados al vino, como el enyesado, el fosfatado y la adición de ácidos minerales libres, tratamientos que teniendo por consecuencia descomponer o precipitar especialmente el bitartrato potásico, del cual depende en notable parte la alcalinidad de las cenizas, determinan el descenso de esta alcalinidad.

Acidez total.—Esta acidez expresada en ácido tartárico, varía entre 4-5 gr y 15-16 gr por litro. Los vinos ricos en alcohol son relativamente menos ácidos que los poco alcohólicos a causa de la precipitación, debida al alcohol, del bitartrato de potasa, del cual depende una parte notable de la acidez del vino. Así también la acidez total del vino va disminuyendo con el tiempo, ya por la precipitación de la mencionada sal y del tanino, ya por la descomposición del ácido málico en ácido láctico, pues este último tiene una acidez equivalente a la mitad de la del ácido málico que le ha dado origen. En cambio la acidez total puede aumentar indirectamente a causa de algunas enfermedades del vino que aumentan su acidez volátil.

La acidez del vino se realza, cuando conviene, por adición de ácido

---

2.° en los vinos generosos (moscateles, malvasías dulces y semejantes) en cantidad no superior a la mitad del producido por la fermentación del mosto;

3.° en los moscateles tipo Canelli destinados a la exportación en toneles, hasta elevar la graduación alcohólica a no más de 9°;

4.° a los vinos destinados a la preparación del vermouth;

5.° a los espumosos, en proporción no superior al cuarto del contenido naturalmente;

6.° a los vinos comunes destinados a la exportación, en cantidad no superior a 3 litros por hectolitro, salvo casos especiales.

(1) El Reg. italiano contra los fraudes enlos vinos admite como tratamientos lícitos (Art. 1-*b*) la adición a los vinos del tartrato neutro de potasio y de los carbonatos de calcio y de potasio puros, al solo fin de corrección, con tal de que no alteren la composición química ni los límites de las proporciones entre los componentes hallados en los vinos naturales; y además considera como lícito (Art. 1-*c*) el uso de la tierra de España y del caolín como clarificantes.

tartárico (1) y cítrico (2). A menudo se agregan también ácidos minerales, especialmente ácido sulfúrico, lo cual esta absolutamente prohibido (3).

Acidez volátil.—Esta acidez es por término medio de 0,4-0,8 gr expresada en ácido acético por litro en los vinos tintos comunes, algo menor en los blancos; en algunos vinos, ricos en alcohol y en extracto, como por ejemplo en los vinos de mezcla, puede exceder sensiblemente de los límites antes indicados, sin que a la degustación se adviertan los caracteres del picado. En todo caso, si la acidez volátil excede de 2 gr por litro, el vino debe considerarse como no destinable al consumo.

Azúcares.—Están contenidos en cantidad variable según la calidad y tipos de vino. Los vinos dulces pueden contener cantidades notables, especialmente si derivan de mostos de uvas pasas; en este caso llegan a exceder de 15 por 100.

En los vinos secos comunes, los azúcares varían entre 5 y 20 gr por litro; una pequeña parte de ellos está formada por pentosas, es decir, azúcares no fermentescibles.

Los vinos no contienen naturalmente *sacarosa*, y su adición está prohibida salvo para los del tipo vermouth y los espumosos (4). En cambio se admite la práctica (5) de corregir con este azúcar el mosto pobre en materia azucarada; en este caso es destruído por la acción de los fermentos y no se encuentra en el vino resultante. También está prohibida la adición a los vinos de *glucosa* (6) así como la de *sacarina* y sus derivados, o cualquier otro edulcorante artificial (7).

Glicerina.—Es el producto constante de la fermentación alcohólica que se encuentra en los vinos en proporciones determinadas con los otros productos de la misma fermentación, y especialmente con el alcohol. Se admite que en los procesos *normales* de fermentación de los mostos se verifica la producción de un mínimo de 7 gr de glicerina y un máximo de 14 gr por cada 100 gr de alcohol.

La glicerina puede haberse adicionado al vino ya para enmascarar la alcoholización, volviendo así normal la razón del alcohol a la glicerina, quizá alterada por la adición del alcohol, ya para enmascarar el aguado contribuyendo la glicerina a aumentar la proporción de substancias extractivas. La adición de glicerina se suele también efectuar sobre vinos demasiado ásperos o astringentes. En todos los casos, para comprobar esta adición, cuando se ha hecho en fuertes proporciones, sirve la razón antes indicada entre el alcohol y la glicerina, que no debe exceder de 14 gr por 100 de alcohol.

Substancias colorantes.—El *color* del vino es debido a un grupo de substancias colorantes que se comprenden bajo el nombre de enocianinas, y constituye, especialmente con respecto a su tono y a su brillantez, una de las cualidades más apreciadas de los vinos, y en modo particular de los destinados a la corrección o coupage de otros vinos mediocres. En este caso tiene especial importancia también el color de la espuma, la cual

---

(1) La adición del ácido tartárico está consentida por la legislación (Reg. citado contra los fraudes de los vinos, art. 1-*b*) con tal de que no produzca alteración en las proporciones entre los distintos componentes del vino.

(2) La adición de ácido cítrico está admitida así en los vinos como en los mostos hasta la proporción de 1 gr por litro (V. Reg citado).

(3) Reg. citado, art. 4-*b*.

(4) Reg. citado, art. 2-*d*-*e*.

(5) Reg. citado, art. 1-*a*.

(6) Reg. citado, art. 4-*b*.

(7) Reg. citado, art. 4-*b*.

LIBROS Y REVISTAS PARA BIBLIOTECAS DE INTERCAMBIO

debe ser de un brillante granate. Las materias colorantes del vino, a consecuencia de la acción del oxígeno del aire y de especiales procesos de descomposición, se alteran transformándose en productos insolubles, por lo que el vino tiende, al envejecer, a decolorarse. La coloración artificial del vino, con cualquier substancia, por innocua que sea, está del todo prohibida (1).

En estrecha relación con las materias colorantes del vino, se hallan las substancias tánicas, cuya proporción puede elevarse, como por ejemplo en los vinos de mezcla, hasta 4-5 gr por litro. También el tanino tiende, con el tiempo, a separarse del vino, en parte por precipitación y en parte a consecuencia de procesos de descomposición. La adición de tanino a los vinos, sobre los cuales actúa como medio de conservación, especialmente por su poder coagulante de las albúminas, está consentida con tal de qne sea puro y no altere las proporciones entre los componentes (2).

Sulfatos.—La cantidad de sulfatos contenidos en los vinos, expresada como sulfato neutro de potasio, varía entre 0,2-0,6 gr por litro. Pero esta cantidad puede ser notablemente aumentada a consecuencia del tratamiento con sulfato de calcio, es decir con el *enyesado*, que se hace sufrir a los mostos en el período de su fermentación.

Este tratamiento está consentido con tal de que el vino, cuando se destina al inmediato consumo, no contenga una cantidad total de sulfato superior a 2 gr por litro, calculada como sulfato neutro de potasio. Están exceptuados los vinos de lujo que contengan no menos de 15 por 100 de alcohol en volumen, para los cuales está tolerado un enyesado mayor (3).

En los vinos enyesados se nota, como ya se ha hecho notar, un aumento en las cenizas y una diminución en su alcalinidad. Los vinos enyesados se someten a veces al desenyesado, es decir a la eliminación de una parte de los sulfatos, mediante sales de bario o de estroncio. Este tratamiento no está permitido (4), y por esto en los vinos genuinos no deben existir tales elementos.

Acido fosfórico.—La cantidad de este ácido contenida naturalmente en los vinos oscila entre 0,2 y 0,6 gr por litro, calculada como P_2O_5. Una manipulación análoga el enyesado, que se hace sufrir a los vinos, es el *fosfatado*, que consiste en la adición de fosfato bicálcico. Con el fosfatado, el P_2O_5 puede aumentar hasta 1,5 gr por litro, por lo que también en este caso se determina un notable aumento en el peso de las cenizas.

Cloruros.—Están contenidos en los vinos comunes en pequeña proporción: unos 0,02-0,03 gr por litro, calculados como cloruro de sodio. A fin de aumentar el sabor de los vinos y reavivar el color, y también para enmascarar el aguado y elevar la cantidad de cenizas, se suele a veces adicionar a los vinos sal común (*saladura*). Está tolerada esta adición hasta una cantidad de cloruro de sodio de 1 gr por litro. Hay que advertir no obstante que algunos vinos provenientes de regiones salobres o marinas pueden contener notables cantidades de cloruro de sodio. En estos casos, para dictaminar acerca de su natural composición, se recurrirá a la confrontación con la composición de los vinos genuinos de la misma procedencia (5). A veces, algunos vinos transportados por mar pueden contener cloruro de sodio debido a infiltración del agua del mar a través de los recipientes.

---

(1) Reg. citado, art. 4-*b*.
(2) Reg. citado, art. 1-*b*.
(3) Reg. general sanitario de 3 de febrero de 1901, art. 122.
(4) Reg. sobre los vinos citado, art. 4-*b*.
(5) Reg. citado, art. 4-*e*.

Nitratos.—No se hallan generalmente en los vinos, pero está demostrado que pueden a veces hallarse en pequeñas cantidades hasta en los vinos genuinos. De aquí que el haber reconocido la existencia de nitratos en un vino, no puede ser exclusivamente atribuída a la adición de agua impurificada por nitratos, y por consiguiente no puede tener un valor absoluto para formar juicio respecto al aguado. Una reacción positiva muy evidente de los nitratos puede aún tener valor como indicio de la adición de agua, que deberá siempre estar confirmado por el conjunto de los resultados obtenidos en la determinación de los demás componentes, o bien será indicio de la adición de ácido nítrico.

Antisépticos.—Por lo que se refiere a estas substancias hay que tener presente que en general está prohibido el tratamiento de los vinos con substancias antisépticas, a excepción del anhídrido sulfuroso en determinados límites (1). En particular, por lo que se refiere a los ácidos bórico y salicílico, téngase presente cuanto se ha dicho en las notas al describir los respectivos métodos de investigación.

Metales extraños.—Los vinos naturales contienen sólo mínima cantidad de alúmina, de 0,01 a 0,04 gr por litro, pero esta cantidad puede ser notablemente aumentada por manipulaciones con substancias que contengan alumbre, hasta elevarla a 0,2-0,3 gr por litro.

En los vinos naturales no se encuentran los metales plomo, cobre, zinc, y tampoco bario y estroncio, y por lo tanto la presencia de estos elementos es debida a manipulaciones o causas extrañas (2).

---

(1) Reg. sobre los vinos citado, art. 4-*e*.

(2) [Con respecto a España, las Instrucciones técnicas a que se refiere el R. D. de 22 de diciembre de 1908 prescriben con respecto a los vinos lo siguiente:

«Se entenderá por vino la bebida resultante de la fermentación alcohólica, completa o incompleta, del racimo de la uva fresca y madura.

No constituirán manipulaciones y prácticas fraudulentas las que a continuación se especifican, por encaminarse a conseguir una vinificación normal o a la conservación de los vinos:

La mezcla de vinos entre sí;

El encabezamiento con alcohol de vino;

La congelación, desde el punto de vista de la concentración parcial;

La pastorización;

La clarificación por medio de la albúmina, caseína pura, de gelatina pura o cola de pescado, y de tierra de Lebrija u otras de composición idéntica, siempre que se hallen bien lavadas;

La adición de tanino en la cantidad indispensable para efectuar el tratamiento por medio de las albúminas o de la gelatina;

La clarificación de los vinos blancos por medio del carbón puro;

El tratamiento por el anhídrido sulfuroso procedente de la combustión del azufre y por los bisulfitos alcalinos cristalizados y puros, a condición de que el vino no contenga más de 200 miligramos de anhídrido sulfuroso, libre y combinado, por litro. Los bisulfitos no podrán ser empleados en cantidad superior a 20 gr por hectolitro.

Con relación a los mostos se admitirá:

El tratamiento por el anhídrido sulfuroso y por los bisulfitos alcalinos en las condiciones expresadas, la adición de tanino, la de ácido tártrico cristalizado y puro a los mostos insuficientemente ácidos y el empleo de levaduras seleccionadas. No permitiéndose el empleo simultáneo del ácido tártrico y azucar ni del enyesado cuando la cantidad de sulfatos en el vino, expresados en sulfato potásico, sea superior a la cifra de 2 gr por litro o de 4 para los vinos generosos, secos o licorosos y espumosos.

La adición de cloruro sódico, a condición de que la cantidad total de cloro, calculada en cloruro sódico, no exceda de 1 gr por litro.»]

VINAGRE

Por *Vinagre* o *Vinagre de vino* se entiende el producto de la fermentación acética del vino provocada por microorganismos especiales pertenecientes al grupo del Mycoderma aceti. Prepáranse también vinagres obtenidos de la fermentación del alcohol convenientemente diluído, de la cerveza, de la sidra y de otros vinos de fruta, y de la glucosa. Artificialmente se prepara el vinagre diluyendo con agua el ácido acético comercial más o menos puro y más o menos aromatizado.

Las clases más usuales son el *Vinagre de vino*, el *Vinagre de alcohol* y el *Vinagre artificial* preparado con ácido acético. De ellos el más rebuscado para la alimentación es el de vino, que está también sujeto a numerosas sofisticaciones, como el aguado, la adición de vinagre de alcohol, de vinagre obtenido por dilución del ácido acético, de ácidos minerales, etc. A menudo se tiñe con caramelo o con colores orgánicos artificiales, y a veces también, para aumentar su aroma y su sabor, se hace macerar en el pimienta, pimentón, mostaza, etc.

Para establecer la naturaleza, el valor comercial y la genuinidad de un vinagre se procede a las siguientes investigaciones y determinaciones.

1. Examen organoléptico.—Obsérvanse ante todo el color, la limpidez y el olor. En un vinagre turbio convendrá asegurarse, si es preciso, con una lente de aumento o con el microscopio, de si la turbiedad es o no debida a organismos (anguílulas, etc.) El olor y el sabor se aprecian mejor diluyendo algo el vinagre con agua tibia También deberán tenerse en cuenta el olor y el sabor que posee el vinagre en examen después de haberlo neutralizado lo más exactamente posible con sosa; con tal prueba se advierte sobre todo la presencia del alcohol, de aldehidos y los olores empireumáticos debidos al ácido piroleñoso. Por fin se observará si el vinagre en examen se enturbia por dilución con agua.

2. Determinación del peso específico.—Determínase a 15° con la balanza de Westphal (V. Cap. Espíritus y licores).

3. Determinación del extracto.—Evapóranse al baño maría en cápsula de platino, 50 cm^3 de vinagre hasta consistencia de jarabe, se trata el resíduo con 50 cm^3 de agua, se evapora de nuevo hasta consistencia de jarabe y se repite la adición de agua y la evaporación otro par de veces a fin de eliminar completamente el ácido acético. Por fin se deseca en estufa de agua por dos horas y media, se deja enfriar en desecador y se pesa. Multiplicando por dos el extracto pesado se tiene el extracto por 100 cm^3 de vinagre.

Del extracto total hay que restar el azúcar que se halla a veces presente para tener el extracto seco sin azúcar.

Conviene observar el color, el olor y la solubilidad en agua y en el alcohol del extracto obtenido.

4. Determinación de las cenizas y de la alcalinidad de las cenizas.—Síguense los métodos indicados para el análisis del vino, y los resultados se refieren a 100 cm^3 de vinagre.

5. Determinación de la acidez.—En general se suele determinar sólo la acidez total; en algún caso, como por ejemplo si el vinagre en examen contiene otros ácidos libres, además del acético, conviene determinar también la acidez fija y la acidez volátil.

a) Acidez total.—Mídense exactamente 10-20 cm^3 de vinagre, dilúyense con un volumen aproximadamente igual de agua, agréganse algunas gotas de solución de fenolftaleína y se valora la acidez con solución normal de sosa cáustica. En el caso de que el líquido sea de color tan subido que no permita apreciar bien el cambio de color de la fenolftaleína, se diluye con mayor cantidad de agua, o bien se ensaya al toque como se ha indicado para el vino (pág. 261).

La acidez se expresa en gramos de ácido acético por 100 cm^3 de vinagre (1 cm^3 de sosa cáustica normal corresponde a 0,06 gr de ácido acético). Si se quiere expresar en peso (es decir por 100 gr de vinagre) se divide la acidez expresada en gramos por 100 cm^3 por el peso específico del vinagre.

Hállanse también en el comercio aparatos especiales llamados *Acetímetros*, que permiten determinar con mucha rapidez y sencillez, si no con toda exactitud, la acidez total de los vinagres. De ellos el más usado en Italia es el de Reveil.

b) Acidez fija.—Determínase volumétricamente sobre el residuo de la destilación del vinagre a presión reducida (1).

Para proceder al ensayo se necesita un matraz *A* de unos 150 cm^3 de capacidad provisto de una corta tubuladura lateral y de una bola *B* de 50 cm^3 de capacidad, cerrado por un tapón de goma atravesado por un embudo de llave *C* de unos 20 cm^3 de capacidad, cuyo cuello *a* llega hasta casi el fondo del matraz (fig. 57).

Instálase el matraz *A* en un baño maría hirviente, se pone en comunicación con un recipiente colector en el cual se practica el vacío mediante una trompa de agua. Introdúcense en el embudo separador 5 cm^3 (exactos) de vinagre, se dejan escurrir en el matraz y se destila hasta reducir el volumen del líquido a 2-3 cm^3. Luego se vierten en el embudo separador 20 cm^3 de agua destilada y sin interrumpir la operación, se dejan caer en el matraz, prosiguiendo la

(1) Roos y Mestrezat; *Bull. de l'Association des chim. de sucr.*, 1907-1908, página 41.

destilación hasta reducir de nuevo el volumen a 2-3 cm³. Repítese la adición de 20 cm³ de agua por otras dos veces, destilando cada vez, y finalmente, cuando después de la última adición, el volumen del líquido ha sido reducido a unos 5 cm³, se suspende la operación, se transvasa el contenido del matraz, lavando cuidadosamente, a un matraz cónico, y se valora la acidez fija, en presencia de fenolftaleína o al toque con papel de tornasol si el residuo está muy colorado, con solución $\frac{N}{10}$ de hidrato sódico.

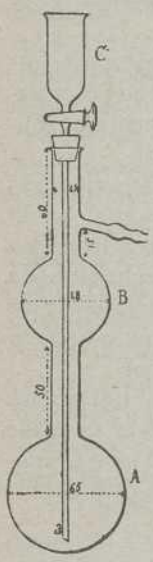


Fig. 57.

La acidez fija se suele expresar en gramos de ácido sulfúrico por 100 cm³ de vinagre (1 cm³ de NaOH $\frac{N}{10}$ corresponde a 0,0049 gr de H_2SO_4).

Conviene ensayar el destilado con nitrato de plata para descubrir la eventual adición de ácido clorhídrico.

c) Acidez volátil.—Calcúlase restando de la acidez total expresada en gramos por 100 cm³, la acidez fija calculada en gramos de ácido acético por 100 cm³.

6. Investigación de los ácidos minerales libres.—Se emplea uno de los siguientes métodos:

a) Con el violeta de metilo.—Dilúyese un poco de vinagre con objeto de obtener un líquido cuya acidez total sea aproximadamente 2 por 100, y a 20-25 cm³ de este líquido se agregan 4 ó 5 gotas de una solución al 0,01 por 100 de metilvioleta. Si el color pasa al azul o al verde, indica la presencia de ácidos minerales libres.

La coloración que toma el vinagre en examen deberá ser observada en confrontación con la obtenida agregando la misma cantidad de violeta de metilo a 20-25 cm³ de ácido acético puro al 2 por 100.

En el caso de vinagres muy colorados es necesario un previo tratamiento con negro animal cuidadosamente lavado al ácido.

Este método está indicado en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I e C.*

b) Por diálisis (1).—Sirve para los vinagres de color subido y se aplica del siguiente modo: Trátanse a la ebullición 100 cm³ de vinagre con 7-8 gr de cloruro de bario finamente pulverizado (2). Después de enfriar se toman 50 cm³ de líquido, se calientan a 50-60°

(1) L. Medri: *Bull. Chim. Farmaceutico*, XLVIII, 1909, pág. 331.

(2) El objeto de este tratamiento con cloruro de bario es precipitar el ácido sulfúrico que puede hallarse presente y poner en libertad la correspondiente cantidad de ácido clorhídrico del cloruro de bario, que dializa con rapidez mucho mayor.

y se dializan a través de papel pergamino *lavado* en un dializador que contenga 50 cm³ de agua destilada. A los 5-10 minutos se toman 10 cm³ del dializado y se ensaya con violeta de metilo como está indicado en *a*. Medri prefiere como indicador el amarillo metanílico, por considerarlo más sensible que el metilvioleta, y agrega para el ensayo 10-12 gotas de una solución al 1 por 1000. En presencia de ácidos minerales la coloración amarillo de limón del amarillo metanílico pasa al anaranjado o al granate o al rojo fucsina o al rojo violeta según la cantidad de ácidos minerales existentes.

7. Determinación de los ácidos minerales.—Comprobada con las reacciones expuestas la presencia de ácidos minerales libres, se procede a su determinación cuantitativa por el método acidimétrico de Philip Schidrowitz (1) ligeramente modificado como sigue:

El método se basa en que los ácidos poco disociados como el acético, el tartárico, etc., en presencia del alcohol no desarrollan su acción sobre el anaranjado de metilo. Por lo tanto, si a un vinagre genuino se agrega una determinada cantidad de álcali, y luego empleando el metilnaranja como indicador, se neutraliza con una solución hidroalcohólica de ácido sulfúrico el álcali agregado, como el ácido acético que se libera del acetato formado no tiene reacción sobre el indicador, habrá que agregar una cantidad de ácido perfectamente correspondiente a la cantidad de álcali agregada. En cambio, si un vinagre contiene ácidos minerales libres, habrá que agregar una cantidad de ácido sulfúrico inferior a la de álcali en cantidad correspondiente a la de álcali combinada con los ácidos minerales libres. La diferencia entre el álcali agregado y el ácido sulfúrico necesario para su neutralización corresponde a la cantidad de ácidos minerales libres presentes.

Tratándose de un líquido generalmente colorado, es difícil apreciar bien el cambio de color del indicador, y por esto se procede al ensayo al toque usando papeles de anaranjado de metilo preparados por inmersión de tiras de papel de filtro en una solución de anaranjado de metilo al 0,1 por 100 y desecándolos en la estufa.

La determinación se lleva a cabo del siguiente modo: Agréganse 5 cm³ de solución $\frac{N}{2}$ de sosa cáustica a 20 cm³ de vinagre y se evapora hasta sequedad. Trátase luego el residuo con una mezcla de 2 cm³ de agua y 2 cm³ de alcohol absoluto y se valora la alcalinidad con una solución hidroalcohólica de ácido sulfúrico $\frac{N}{2}$ preparada diluyendo con alcohol absoluto hasta 200 cm³, 100 cm³ de ácido sulfúrico normal; se habrá conseguido la saturación cuando una gota del líquido provoque en el papel la aparición de una mancha rojo obscura.

(1) *The Analyst*, XXVIII, 1903, pág. 233.

Si esa mancha aparece inmediatamente, con las primeras adiciones de ácido, será señal de que los 5 cm³ de sosa $\frac{N}{2}$ empleados no fueron suficientes para saturar los ácidos minerales libres presentes en el vinagre, y habrá que repetir el ensayo usando una cantidad mayor.

La diferencia entre los centímetros cúbicos de sosa cáustica y de ácido sulfúrico empleados corresponde a los ácidos minerales libres contenidos en 20 cm³ de vinagre (1 cm³ de $NaOH\frac{N}{2} = 0{,}0295$ gr de H_2SO_4 y 0,0182 gr de HCl).

8. Determinación del ácido fosfórico.—Se verifica en las cenizas según las normas indicadas para la misma determinación en el vino.

9. Reconocimiento y determinación de los ácidos orgánicos libres, extraños.

a) Acido oxálico: 1. *Reconocimiento cualitativo.*—Alcalinízanse ligeramente con amoníaco 50 cm³ de vinagre, se calienta hasta la ebullición y se agrega un ligero exceso de solución de sulfato de calcio. En presencia de ácido oxálico se obtiene un precipitado blanco, cristalino, de oxalato de calcio.

2. *Determinación cuantitativa.*—Si se desea proceder a la determinación cuantitativa se recoge el precipitado en un filtro, se lava con las usuales normas, se calcina y se pesa (1 gr de CaO = = 2,25 gr de $C_2H_2O_4 + 2\,H_2O$).

b) Acido tartárico. 1. *Reconocimiento cualitativo.*—Concéntranse al baño maría 100 cm³ de vinagre hasta consistencia de jarabe, se trata con alcohol, calentando ligeramente, se filtra, y gota a gota, frotando con una varilla las paredes del recipiente, se agrega al filtrado una solución alcohólica diluída de hidrato potásico, hasta que deja de formarse precipitado o enturbiamiento debido al crémor tártaro.

Para asegurarse de que se trata de crémor tártaro, se procede al siguiente ensayo de Deniges: Cuando el precipitado cristalino se ha separado completamente, se decanta el líquido, por medio de un delgado chorro de alcohol se hace caer el precipitado en una capsulita y se evapora el exceso de alcohol. Entretanto se toman en un tubo de ensayo 3 cm³ de ácido sulfúrico concentrado y 3 gotas de solución de resorcina, preparada disolviendo 2 gr de resorcina pura en 100 cm³ de agua acidulada con 5 cm³ de ácido sulfúrico; déjanse caer en el algunos de los cristales que han quedado en la capsulita y se calienta a 130-140°. En presencia de ácido tartárico se observa una coloración carmín muy neta.

2. *Determinación cuantitativa* (ácido tartárico total).—Tómanse 100 cm³ de vinagre y se tratan, en un vaso, con 1 cm³ de una

solución de acetato potásico al 20 por 100, y 15 gr de cloruro potásico pulverizado. Cuando el cloruro potásico está bien disuelto se agregan 20 cm³ de alcohol de 95° y se prosigue como se ha indicado para la determinación del ácido tartárico total en el vino (pág. 264).

c) Ácido cítrico.—El ácido cítrico se revela mediante la reacción de Denigès siguiendo las normas expuestas para tal determinación en el vino (pág. 286).

10. Reconocimiento y determinación del alcohol.—1. *Reconocimiento cualitativo.*—Neutralízanse exactamente 100 cm³ de vinagre con hidrato sódico (ensayo al toque con papel de tornasol) y se destila recogiendo los primeros 4-5 cm³ de destilado, sobre los cuales se busca el alcohol mediante la reacción de Rimini (V. Barnices).

2. *Determinación cuantitativa.*—Neutralízanse exactamente 400 cm³ de vinagre con hidrato sódico (ensayo al toque) y se someten a destilación recogiendo los primeros 200 cm³ de destilado, que se destila de nuevo para recoger exactamente 100 cm³. Sobre el nuevo destilado se determina la densidad a 15° y por medio de tablas (pág. 248) el correspondiente grado alcohólico expresado en gramos por 100 cm³. Dividiendo por 4 el grado alcohólico hallado se obtienen los gramos de alcohol contenidos en 100 cm³ de vinagre.

11. Reconocimiento del aldehido.—Neutralízanse exactamente 100 cm³ de vinagre con hidrato sódico (ensayo al toque) y se destila para recoger los primeros 10 cm³ de destilado, en los que se ensaya la presencia del aldehido mediante el reactivo de Schiff (V. Cap. Espíritus y licores, 4. Investigación de las impurezas, n. 4).

12. Determinación de la glicerina.—Síguense los métodos señalados para la determinación de la glicerina en el vino.

13. Determinación de los azúcares (substancias reductoras).—V. Vino, pág. 266.

14. Investigación de los metales pesados.—Evapóranse 200 cm³ de vinagre, sobresaturado con carbonato sódico y adicionado de un poco de nitro; se incinera el residuo y se someten las cenizas a los métodos analíticos usuales.

O bien se evaporan 200 cm³ de vinagre hasta reducir el volumen a unos 50 cm³; se agregan 10 cm³ de ácido clorhídrico concentrado, y calentando con cuidado se proyectan de vez en cuando algunos cristalitos de clorato potásico hasta haberse decolorado el líquido o haber quedado ligeramente teñido de amarillo. Hiérvese para eliminar el exceso de cloro, agréganse 10 gr de acetato sódico, dilúyese hasta unos 100 cm³ y se somete a la acción del hidrógeno sulfurado. En presencia de metales pesados se obtiene un precipitado que se analizará por los procedimientos analíticos habituales, buscando especialmente el cobre, el plomo, el estaño y el zinc.

15. Investigación y determinación de la saladura. — Síguense los métodos expuestos para la misma determinación en el Vino.

16. Investigación de los bisulfatos.—Revélanse con el reconocimiento de los ácidos minerales libres y con el análisis de las cenizas.

17. Reconocimiento de las impurezas pirogénicas.—Trátase de descubrir especialmente la presencia de ácido acético piroleñoso. Procédese a los siguientes ensayos:

a) Pónense en una capsulita 15-20 cm^3 de vinagre, neutralízanse con hidrato sódico y se calienta al baño maría. En presencia de substancias empireumáticas se advertirá un olor característico que recuerda el del humo.

b) Destílanse 100 cm^3 de vinagre, recógense los 10 primeros centímetros cúbicos de destilado, y se agregan poco a poco y agitando 2 cm^3 de solución de permanganato potásico al 1 por 1000. Si se trata de vinagre genuino de vino o de alcohol la mezcla debe mantenerse teñida de rosa al menos por 5 minutos; pero si el permanganato es decolorado inmediatamente y hay que agregarlo en cantidad notablemente mayor para obtener una coloración rosada estable por 5 minutos es indicio de la presencia de impurezas pirogénicas debidas al ácido piroleñoso.

18. Reconocimiento del caramelo.—Síguense las mismas normas expuestas para revelar el caramelo en el vino (pág. 278).

19. Reconocimiento de los colores orgánicos artificiales. — Usanse los métodos descritos para el Vino.

20. Investigación de las substancias acres.—Para reconocer la presencia de substancias acres (pimienta, pimentón, mostaza, etc.) en el vinagre, se neutralizan exactamente 50 cm^3, se evaporan y se procede a la degustación del residuo. Para tener indicios más marcados se extrae este residuo con éter, se evapora la solución etérea y se degusta el nuevo residuo de esta evaporación.

Este método está indicado en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.*

21. Investigación de las substancias antisépticas.—Búscanse especialmente el ácido salicílico, el ácido bórico, el formaldehido, siguiendo los métodos indicados para el vino.

22. Rebusca de la dextrina.—La presencia de esta substancia, que puede ser un indicio de la adición de glucosa al vinagre, se lleva a cabo con arreglo al método indicado para el vino.

23. Caracteres diferenciales entre el vinagre de fermentación y el vinagre de madera.—El vinagre de vino puede ser caracterizado por su perfume especial, por la presencia de bitartrato, de glicerina, por el tanto por ciento y propiedades del extracto, por la cantidad y composición de las cenizas y por su alcalinidad, por la presencia de pequeñas cantidades de alcohol, de aldehidos, etc.

El vinagre de alcohol puede ser caracterizado por la presencia de pequeñas cantidades de alcohol, de aldehido, por la exigua cantidad de extracto y de ceniza, las cuales en general son neutras y no contienen fosfatos, y por la elevada proporción entre la acidez y el extracto.

El vinagre artificial preparado con ácido acético, además de la ausencia de los elementos característicos del vinagre de vino y de alcohol, está caracterizado por la pequeña cantidad de extracto y de cenizas, por la elevada proporción entre la acidez y el extracto, y si el ácido acético usado no era suficientemente puro, por la presencia de impurezas pirogénicas.

Existen además reacciones especiales, basadas en la rebusca de las bacterias de la fermentación o de sus productos de descomposición, que sirven para atestiguar la presencia en un vinagre del vinagre de fermentación. Naturalmente que tales reacciones darán también resultados positivos cuando se trate de mezclas de vinagre de fermentación con vinagre artificial. La más atendible de estas reacciones es la de Kraszewski (1) que se ensaya del siguiente modo: Alcalinízanse 100 cm³ de vinagre con hidrato sódico y se agitan suavemente para evitar la formación de emulsión, en embudo separador, con alcohol amílico. Decántase el alcohol amílico, se evapora, se trata el residuo con agua, se acidifica con ácido sulfúrico diluído y se agregan algunas gotas de solución de yodo en yoduro potásico. En presencia de vinagre de fermentación se forma un pequeño precipitado o un enturbiamiento.

24. Investigación del alcohol desnaturalizado.—V. Cap. Espíritus y licores.

***

El vinagre de vino es de color blanco-amarillento o rojo-vinoso, según el color del vino de que proviene, tiene olor etéreo agradable debido a los éteres formados durante la fermentación y sabor francamente ácido, pero no acre y desagradable. Su densidad varía entre 1,015 y 1,020. La *acidez* total, expresada en ácido acético, oscila generalmente en los buenos vinagres entre 6 y 8 gr por 100 cm³; pero en el comercio se encuentran también vinagres débiles con acidez comprendida entre 4 y 6 gr por 100 cm³. Evaporado, deja un *extracto* semejante al de los vinos, que puede variar entre 1,2 y 2,2 gr por 100 cm³. Las *cenizas* llegan a 0,12-0,35 gr por 100 cm³, contienen fosfatos y tienen una *alcalinidad* expresada en centímetros cúbicos de sosa cáustica normal, de 1,06-4,52 cm³ por 100 cm³. La *razón de la acidez al extracto* puede llegar a un máximo de 5,6 para los vinagres de vinos tintos y de 7,9 para los de vinos blancos.

El vinagre de vino contiene también en general pequeñas cantidades de *alcohol* no transformado (aproximadamente 1 por 100), de *glicerina* (0,20-0,75 gr por 100 cm³), bitartrato potásico, substancias nitrogenadas, pequeñas cantidades de aldehido, vestigios de cloruros, sulfatos, y de cal.

(1) *Zeitschr. Nahr. Genussmittel*, 1906, I, pág. 386.

El *vinagre de alcohol* es por sí mismo incoloro, pero generalmente esta teñido con caramelo o con colores orgánicos artificiales para darle mayor semejanza al de vino. Huele a ácido acético, su sabor es fuertemente ácido, pero está falto del característico aroma del vinagre de vino genuino. Su densidad oscila alrededor de 1,010. Evaporado deja poquísimo *extracto* (0,2-0,6 gr por 100 cm^3), del cual, por calcinación, se obtienen levísimas cantidades de *cenizas* (0,02-0,06 gr por 100 cm^3) que generalmente son neutras y no contienen fosfatos. La *razón de la acidez al extracto* es mucho más elevada que para el vinagre de vino (10-30 y aun más). La *acidez* en ácido acético oscila entre 6 gr y 9 gr de ácido acético por 100 cm^3, y como el vinagre de vino contiene aun pequeñas cantidades de alcohol no transformado y de aldehido.

El *vinagre artificial* obtenido por dilución del ácido acético (vinagre de madera), es también por sí mismo incoloro, pero generalmente está teñido artificialmente. Está privado de aroma y tiene sabor desagradable, acre, ardiente. Su *densidad* oscila entre 1,035 y 1,060, el peso del *extracto* entre 0,15 y 0,26 gr por 100 cm^3 y deja pequeñísimas cantidades de *cenizas*. Si el acido acético usado era impuro (ácido acético piroleñoso), saturando la acidez y evaporando se advierte el olor empireumático, característico del ácido piroleñoso, y el destilado del vinagre absorbe considerables cantidades de permanganato. Si el ácido acético usado estaba suficientemente depurado (especialmente por medio del permanganato) tales caracteres pueden faltar. El vinagre artificial no da la reacción de Kraszewski característica de los vinagres de fermentación.

Cualquiera que sea su origen, los *buenos vinagres comestibles* deben ser límpidos, no contener ácidos minerales ni ácidos orgánicos distintos del acético y han de estar exentos de substancias acres, metales, substancias antisépticas e impurezas pirogénicas. En cambio puede tolerarse la coloración artificial, con tal de que esté obtenida con colores no nocivos (1).

---

(1) [En España, las Instrucciones técnicas a que se refiere el R. D. de 22 de diciembre de 1908 prescriben con respecto al Vinagre lo siguiente.

Debe considerarse como vinagre el producto obtenido de la fermentación acética de las bebidas alcohólicas que reúnan las condiciones ya especificadas o del alcohol diluído; contendrá como mínimum 6 por 100 de ácido acético.

No constituirán manipulaciones fraudulentas:

La adición de substancias aromáticas.

La coloración artificial por medio del caramelo, cochinilla y de toda materia inofensiva.

Con el nombre de vinagre de vino, vinagre de sidra o vinagre de cerveza no se tolerará ningún producto que no proceda exclusivamente de la fermentación de dichas bebidas.

Los mezclas de estos vinagres con vinagre de alcohol y la coloración de los vinagres será tolerada siempre que se haga conocer al comprador; en el primer caso la proporción exacta de la mezcla y en el segundo poniendo el calificativo *coloreado* de una manera clara y sin abreviatnras en etiquetas, anuncios o prospectos, o sobre los recipientes.

La fabricación de vinagres con ácido acético, ácido piroleñoso y ácidos minerales está prohibida, asi como su adición a los vinagres naturales o de alcohol.

El vinagre no deberá contener anguílulas ni vegetaciones criptogámicas.»]

CAPÍTULO VII

ESPÍRITUS Y LICORES

Los *Espíritus* o *Alcoholes* existentes en el comercio se pueden distinguir en *Espíritus industriales* y en *Aguardientes* en el sentido lato de la palabra. Los primeros se clasifican en *Espíritus brutos*, obtenidos directamente de los productos de la fermentación, mediante destilación; *rectificados* si han sido sometidos a ulteriores tratamientos para purificarlos, *desnaturalizados*, si han estado expresamente adicionados de substancias que los vuelven inservibles para la preparación de bebidas. Además, los espíritus toman nombres especiales según las materias primeras empleadas en su obtención. Así, se llaman en particular *Aguardientes* los espíritus obtenidos de la destilación de los orujos, *Coñac* los obtenidos del vino, *Ron* de las melazas de caña, *Kirsch* de las cerezas, *Whisky* de los cereales, etc.

Con los espíritus rectificados se fabrican así aguardientes compuestos como *Licores*, mediante la adición de diversas substancias como esencias naturales o artificiales, azúcares, substancias amargas, etc.

Los ensayos que pueden realizarse sobre los espíritus y licores comprenden cierto número de investigaciones que son iguales para todos los productos, como las determinaciones del grado alcohométrico del extracto, de las cenizas, el reconocimiento de las impurezas y de los desnaturalizantes; y cierto número de otras investigaciones que se aplican solamente a algunos productos, como por ejemplo la investigación del ácido cianhídrico en los Kirsch, de los azúcares en los licores, etc. De las primeras se tratará a continuacion, bajo el título *Métodos generales*; y después de las segundas en la *Parte especial*.

Los resultados se expresan del modo siguiente el alcohol por ciento en volumen con dos cifras decimales; el extracto, los azúcares y las cenizas en gramos por litro con dos cifras decimales; las impurezas del alcohol en miligramos por 100 cm^3 de alcohol anhidro; el ácido cianhídrico libre y combinado y el aldehido benzoico en miligramos por litro sin decimales.

Cualquiera que sea el producto que se haya de ensayar tiene especial importancia la toma de la muestra, para la cual se deberán observar las normas siguientes:

Toma de la muestra.—La muestra debe ser tomada de los recipientes o barriles después de haber mezclado bien la masa, o bien se extrae, con sifones especiales, a alturas diferentes, mezclando bien entre sí las diversas porciones (1). Si el producto que se ha de examinar se halla repartido en diversos barriles, y se desea formar una muestra única, habrá que mezclar cantidades de líquido, tomadas de los diversos recipientes, de modo que sean proporcionales a los respectivos contenidos. Pero, especialmente si no se está absolutamente seguro de la identidad del producto contenido en los distintos recipientes, será siempre preferible tomar una muestra separada de cada uno de ellos, indicando la cuantía representada por cada muestra.

La cantidad de líquido necesario para el análisis varía según las determinaciones que se requieren; en general conviene tomar de medio litro a un litro. Cada muestra deberá estar acondicionada en botellas bien limpias y secas, llenas y perfectamente cerradas.

MÉTODOS GENERALES

1. Caracteres organolépticos

Deben observarse: el color, la limpidez, el olor y el sabor de la muestra en examen. Sobre todo es importante la *degustación*, que hecha por persona práctica puede dar indicios de mucha importancia sobre la calidad del producto y que constituye el complemento necesario del análisis químico.

Para apreciar bien el olor y el sabor de un líquido alcohólico, se recomienda el siguiente procedimiento: En un gran matraz cónico de unos 200 cm^3 (2), se vierten algunos centímetros cúbicos del líquido (20-25 cm^3) y se agrega agua tibia en cantidad suficiente para reducir el grado alcohólico a 30 por 100 en volumen; se cierra el matraz, se agita, luego se abre y se huele. Después se ensaya teniendo por algún tiempo en la boca un poco del líquido tibio, que luego se tira, y se tiene en cuenta la impresión sentida por el paladar, ya durante la degustación, ya después de ella. El ensayo es más decisivo si se hace en confrontación con un espíritu tipo.

(1) Esto es absolutamente necesario, especialmente cuando los espíritus están contenidos en grandes recipientes de muchos hectolitros, en los cuales se forman estratificaciones que pueden variar en el peso específico y por lo tanto en la graduación alcohólica.

(2) En la práctica la degustación se verifica empleando vasos especiales, ensanchados en la base y cilíndricos en la parte superior.

Es imposible dar normas precisas para la apreciación de estos caracteres, porque sólo la práctica enseña a apreciar de tal modo la mayor o menor pureza del alcohol, la naturaleza de las impurezas dominantes, y el aroma especial característico de los diversos productos.

Otro ensayo para apreciar el olor de algunos espíritus, especialmente aguardientes, consiste en verter en una copa una pequeña cantidad del líquido, con la que se mojan las paredes, y eliminar luego el exceso; cúbrese la copa con una hoja de papel y se deja hasta el día siguiente, y entonces se huele el residuo. De esta manera se perciben especialmente los perfumes agregados.

Cuando se tengan que examinar licores u otros productos ricos en materias extrañas al alcohol, será conveniente degustar además del mismo producto, su destilado, privado si conviene de los aceites esenciales para tener buenos indicios sobre la calidad del alcohol empleado en su fabricación.

2. Determinación del alcohol

La cantidad de alcohol contenida en las materias espirituosas, es decir su *Grado alcohólico*, se determina indirectamente, deduciéndolo del peso específico, o directamente con los alcohómetros.

Si se trata de un producto que no contenga cantidades sensibles de materias fijas (lo cual se puede reconocer mediante un ensayo preliminar, evaporando un poco de la substancia en examen en una cápsula, al baño maría), y si no existen cantidades notables de materias volátiles extrañas al alcohol etílico y al agua, como ácidos o álcalis volátiles y aceites esenciales, el peso específico se determina sobre el líquido sin preparación especial. En cambio si se trata de un espíritu que contenga cantidades apreciables de substancias extrañas, es necesario eliminarlas del líquido, antes de determinar el peso específico, lo que se consigue con los siguientes tratamientos preliminares:

1. **Tratamientos preliminares.**—Cuando las substancias extrañas son materias fijas (extractos, azúcares, etc.), ácidos o álcalis volátiles, para eliminarlas se procede como se describe en *A*; cuando son aceites esenciales se procede como en *B*.

A) En presencia de materias fijas.—Pueden darse dos casos: que no existan ácidos o álcalis volátiles, o que estas substancias existan.

1.° Si el líquido en examen está exento de ácidos o álcalis volátiles y no contiene más de 60 por 100 aproximadamente de alcohol en volumen, se llena con él hasta casi el enrase un matraz de 100 ó 200 cm^3, se le da la temperatura de 15° manteniéndolo por algún tiempo en baño de agua a esta temperatura, y con el mismo líquido

BIBLIOTECA PÚBLICA PROVINCIAL BURGOS

se produce exactamente el enrase. Pásase el contenido a otro matraz, evitando toda pérdida, y lavando dos o tres veces el matraz graduado con algunos centímetros cúbicos de agua destilada, que se agregan al líquido. Enlázase el matraz a un refrigerante y se destilan al menos tres cuartos del volumen primitivo, recogiendo el destilado en el mismo matraz graduado que ha servido para medir el líquido en examen; luego se enfría a 15°, y se llena hasta enrase con agua destilada. Del líquido así obtenido se determina luego el peso específico.

Si el líquido en examen contiene, en cambio, más del 60 por 100 de alcohol, se miden exactamente 100 cm^3 a 15° en un matraz graduado, se pasan a otro matraz cónico lavando como antes el primer matraz con agua y se diluyen hasta un volumen aproximadamente doble; destílase como precedentemente, recogiendo el destilado en un matraz de 200 cm^3, y completando el volumen a 15° con agua destilada. Del líquido obtenido se determina el peso específico, y se tiene, luego en cuenta, al calcular el grado alcohólico, la dilución efectuada.

2.° Si el líquido en examen contiene también ácidos o álcalis volátiles, conviene antes de destilar, neutralizarlo exactamente con potasa cáustica o con ácido sulfúrico diluído; por lo demás, se procede como se ha indicado antes.

B) En presencia de aceites volátiles.—Cuando éstos se hallan presentes en cantidades apreciables, se pueden eliminar con uno de los métodos siguientes:

1.° En un embudo de llave se agitan con cuidado, para evitar una íntima emulsión, 50 cm^3 del líquido alcohólico con 100 cm^3 de una solución de cloruro de sodio al 10 por 100 y 100 cm^3 de aceite de vaselina. Al cabo de algunos minutos de reposo se agita nuevamente con precaución y se repite esta operación por otras 3 ó 4 veces, hasta que por último se deja en reposo hasta separación completa de los dos estratos. Una vez bien separados estos dos estratos, se pasa a un matraz cónico el líquido alcohólico subyacente y se lava varias veces el aceite de vaselina con nueva solución de cloruro sódico, empleando en conjunto unos 75 cm^3. Este líquido de loción se recoge en el mismo matraz que contiene el líquido alcohólico, y se destila por fin el líquido total así obtenido, recogiendo el destilado en un matraz tarado de 200 cm^3. Del destilado, diluído exactamente hasta enrase, se determina el peso específico y de éste se deduce la cantidad de alcohol existente, la cual, multiplicada por 4 da el tanto por ciento de alcohol contenido en el líquido alcohólico.

2.° Dilúyese el líquido alcohólico hasta el grado aparente de unos 30 por 100 en volumen; 100 cm^3 del líquido obtenido se agitan con 100 cm^3 de aceite mineral (obtenido recogiendo las fracciones de un petróleo ruso que hierven entre 140° y 230°, de peso específico

aproximadamente 0,812), y habiéndolo dejado reposar, se separa el estrato hidroalcohólico; se lava el petróleo un par de veces con un poco de agua (unos 25 cm³ cada vez), que se separa y se agrega al líquido hidroalcohólico, y por fin éste se destila dos veces, y se diluye el destilado hasta 100 cm³. Del peso específico del destilado se deduce el grado exacto del alcohol diluído hasta el grado aparente de 30 por 100, y conociendo la dilución efectuada, se calcula el grado alcohólico originario.

La eliminación de los aceites volátiles no es ordinariamente necesaria en los espíritus, pero es precisa a veces para algunos productos especiales, como por ejemplo en las esencias para licores, las cuales dan un destilado que por dilución con agua se enturbia y abandona gotículas aceitosas.

2. Determinación del grado alcohólico por el peso específico.— Determínase primero el peso específico del líquido alcohólico con los aparatos descritos a continuación, y después se deduce el grado alcohólico como se indica más adelante (página 326).

1. APARATOS Y MODO DE USARLOS.— Usanse ordinariamente la balanza de Westphal y los picnómetros.

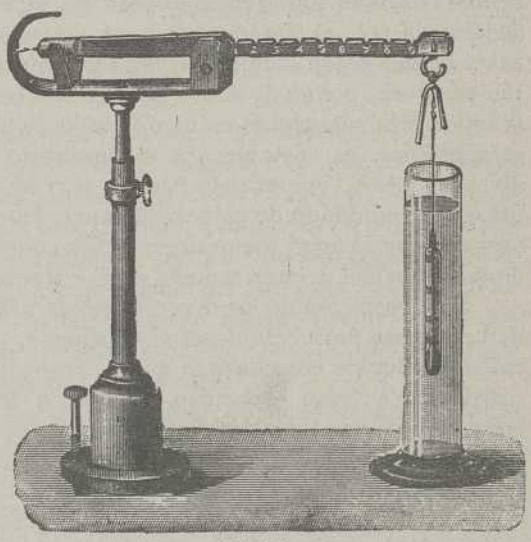


Fig. 58.

a) *Balanza de Westphal.*—Este instrumento, representado en la figura 58, es una balanza hidrostática cuya columna está formada por dos piezas enchufadas de manera que se pueda acortar o alargar a voluntad y puede ponerse exactamente vertical mediante un tornillo cuya punta forma uno de los tres pies de la base de la misma columna. Esta lleva en su extremo superior un soporte, provisto de un doble plano inclinado de acero en cuya intersección se apoya, mediante un cuchillo, una cruz de brazos desiguales. El brazo corto es más grueso y pesado y termina en un ensanchamiento cilíndrico provisto de una punta que cuando la cruz está en equilibrio colima exactamente con otra punta fijada al soporte. El brazo más largo es más ligero y lleva en su extremo un gancho del que se puede suspender mediante un delgado alam-

bre de platino, un flotador cilíndrico de vidrio, que ordinariamente contiene también un termómetro; este brazo está graduado, entre el punto de apoyo y el de suspensión del flotador, en 10 partes iguales, marcadas por muescas. Las dimensiones y el peso de las diversas partes del aparato se hallan arregladas de modo que estando la columna perfectamente vertical y el flotador suspendido del gancho, la cruz esté en equilibrio. Para poner la columna en posición vertical se utiliza el tornillo que forma uno de los pies, y que debe hallarse exactamente en la misma dirección que la cruz, como está indicado en la figura.

Introduciendo el flotador en un líquido, el equilibrio queda destruído; para restablecerlo se hace uso de una serie de pesos caballeros de cuatro tamaños, en la proporción 1000 : 100 : 10 : 1, colocándolos en el extremo o en una determinada división del brazo graduado. La serie de los pesos está constituída por dos o tres pesos del primer tamaño, y uno de cada uno de los siguientes tamaños. Los pesos del primer tamaño son iguales al peso de agua destilada a 15° C (1) desalojada por el flotador; de aquí que uno de ellos, suspendido del extremo del brazo cuando el flotador está sumergido en agua a esa temperatura, ponga de nuevo la cruz exactamente en equilibrio. Si el flotador está sumergido en otro líquido distinto del agua, a la misma temperatura, se restablecerá el equilibrio colocando, por tanteos, diversos pesos, empezando por los mayores, en diversas divisiones del brazo, cuidando de colocar siempre, en el caso de líquidos más pesados que el agua (de peso específico comprendido entre 1 y 2) uno de los pesos del primer tamaño en el extremo del brazo.

De la posición de los diversos pesos así colocados sobre la cruz de la balanza para establecer el equilibrio, se deducirá el peso específico del líquido considerado a 15°, respecto. al agua a la misma temperatura (peso específico a 15°/15°), teniendo presente que los pesos del primer tamaño, si están colocados en el extremo del brazo, representan unidades del número que expresa el peso específico, y si están colocados en la división 1.ª, 2.ª, 3.ª... del brazo representan respectivamente 1, 2, 3... unidades de la primera cifra decimal; y que los pesos de los sucesivos tamaños, colocados en las mismas divisiones, indican otras tantas unidades de la 2.ª, 3.ª y 4.ª decimal del peso específico.

Por ejemplo, si para un líquido dado se obtiene el equilibrio colocando uno de los pesos del primer tamaño en la división 8.ª, y los pesos de los sucesivos tamaños (segundo, tercero y cuarto) respectivamente en la 9.ª, 5.ª y 8.ª división, el peso específico del líquido a 15°/15° será 0,8958. Si

(1) Constrúyense también balanzas Westphal con los pesos graduados para otras temperaturas normales, por ejemplo, 17°,5 ó 20°, según los casos para que deben servir.

se hubiera tenido que poner un peso del primer tamaño en el extremo del brazo, otro igual en la división 2.ª, el del segundo tamaño en la división 7.ª y el del cuarto tamaño en la división 5.ª, el peso específico sería 1,2705.

Antes de emplear la balanza de Westphal, hay que regular el pie de tornillo (el cual ha de hallarse del lado del brazo corto), de modo que la columna esté vertical, lo que se reconoce por mantenerse la cruz en equilibrio estando el flotador suspendido del gancho. Para verificar la exactitud del instrumento y de los pesos, se sumerge el flotador en el agua destilada a la temperatura normal (1) y se observa ante todo si cada uno de los pesos mayores, suspendido del extremo del brazo, restablece exactamente el equilibrio; éste también debe mantenerse poniendo dos pesos del mismo primer tamaño respectivamente en las divisiones 9.ª y 1.ª, 8.ª y 2.ª, 7.ª y 3.ª, 6.ª y 4.ª, o ambas en la 5.ª (para colocar dos pesas en la misma división se suspende una del extremo encorvado de una de las ramas de la otra). Por fin también debe obtenerse el equilibrio con una pesa del primer tamaño en la división 9.ª y la de segundo tamaño en el extremo del brazo; o con ambas en la división 9.ª y la del tercer tamaño en el extremo; o con las tres en la división 9.ª, y la de cuarto tamaño en el extremo.

Al proceder al experimento, ya para la verificación, ya para la determinación del peso específico del líquido, hay que procurar que el flotador esté siempre igualmente hundido; en la posición de equilibrio, debe quedar hundida en el líquido, además de la porción atada del hilo de platino, una porción del mismo hilo de igual longitud, observando que no haya burbuja alguna de aire adherida al flotador. Para verificar las observaciones se hace oscilar libremente la cruz hasta que se detiene y se atiende a si las dos puntas, móvil y fija, se disponen exactamente una frente a la otra.

Cuando haya que cambiar el flotador de una balanza de Westphal, el nuevo debe tener exactamente el mismo peso; y como la magnitud de las pesas depende del volumen del flotador, habrá que cambiar al mismo tiempo la serie de las pesas. Esto se evita usando los flotadores de Reimann que tienen un peso y un volumen fijo y determinado: el tipo usual tiene un peso de 15 gr con el hilo de suspensión, y desaloja 5 gr de agua destilada a la temperatura normal; de tal suerte las pesas de primera magnitud son de 5 gr, y las sucesivas respectivamente de 0,5, de 0,50 y de ,0005 gr.

b) *Picnómetros.*—Constan de un recipiente de vidrio de cuello delgado provisto de una señal de enrase. Para determinar el peso específico de un líquido mediante un picnómetro, pésase primero el

---

(1) Para comprobar la temperatura del líquido con seguridad, es preferible usar en vez del termómetro contenido en el flotador, uno separado, de exactitud segura y dividido a ser posible en quintas o décimas partes de grado.

aparato vacío, después lleno de agua hasta la señal y por fin lleno del líquido cuyo peso específico se quiere determinar; antes de producir exactamente el enrase, hay que tener siempre el picnómetro con el líquido en un local a la temperatura requerida (para los espíritus generalmente a 15°) por un tiempo suficiente para que el líquido tome la misma temperatura. Si P, P' y P'' son los pesos hallados, $P'' - P$ y $P' - P$ serán los pesos de volúmenes iguales del líquido en examen y de agua a la misma temperatura, y por lo tanto el peso específico del líquido vendrá dado por el cociente:

$$\frac{P'' - P}{P' - P}.$$

Una forma de picnómetro que se presta bien para determinaciones muy exactas, aun con pequeñas cantidades de líquido, es el de Sprengel, formado por un tubo en U terminado por dos tubitos capilares doblados en ángulo recto; uno de éstos es menos delgado y lleva una señal. Para llenarlo se aspira por el tubo más delgado, mientras se tiene sumergido el otro en el líquido; luego se elimina cuidadosamente el exceso de líquido mediante papel secante por uno de los extremos, hasta que el tubo más delgado queda lleno por capilaridad y en el otro el líquido llega a la señal; por fin, los dos extremos se cierran mediante pequeñas caperuzas de vidrio esmeriladas.

2. CÁLCULO DEL GRADO ALCOHÓLICO POR EL PESO ESPECÍFICO.— Determinado con uno de los métodos antes indicados (habitualmente con la balanza de Westphal) el peso específico del alcohol o del destilado referido al volumen primitivo, se deduce el tanto por ciento de alcohol etílico mediante tablas especiales. Las comúnmente empleadas están calculadas para los pesos específicos a la temperatura de 15° C, referidos al agua a la misma temperatura, y de ellas está entresacada la tabla XXIV que va del 25 al 100 por 100 de alcohol en volumen, de 5 en 5 unidades de la cuarta decimal del peso específico. La parte de la misma tabla que se refiere a líquidos alcohólicos que contienen hasta 26 por 100 de alcohol en volumen, y que sirve especialmente para las cervezas y los vinos, está reproducida íntegramente, es decir, de unidad en unidad de la cuarta decimal, en el Cap. Vinos, pág. 248 y siguientes (Tabla XXI).

La tabla XXIV es de cuatro columnas. En la primera está indicado el peso específico de la mezcla hidroalcohólica a 15°/15°, con 4 cifras decimales, en orden decreciente. En la segunda columna figura el tanto por ciento de alcohol en peso (gramos de alcohol en 100 gr), en la tercera el tanto por ciento en volumen (centímetros cúbicos de alcohol en 100 cm^3) y en la cuarta los gramos de alcohol en 100 cm^3 de líquido, correspondientes al peso específico indicado en la primera columna.

TABLA XXIV. **Grado alcohólico deducido del peso específico**

Peso específico a 15°/15°	Alcohol % en peso	Alcohol % en volumen	Gramos de alcohol en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Alcohol % en peso	Alcohol % en volumen	Gramos de alcohol en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Alcohol % en peso	Alcohol % en volumen	Gramos de alcohol en 100 cm³
0,9710	20,52	25,08	19,91	0,9410	39,35	46,63	37,00	0,9110	53,43	61,29	48,64
0,9705	20,92	25,56	20,28	0,9405	39,61	46,90	37,22	0,9105	53,65	61,51	48,81
0,9700	21,32	26,03	20,66	0,9400	39,86	47,18	37,44	0,9100	53,88	61,73	48,99
0,9695	21,71	26,50	21,03	0,9395	40,11	47,45	37,66	0,9095	54,10	61,95	49,16
0,9690	22,10	26,96	21,40	0,9390	40,37	47,72	37,87	0,9090	54,32	62,17	49,33
0,9685	22,49	27,42	21,76	0,9385	40,62	47,99	38,09	0,9085	54,54	62,39	49,51
0,9680	22,87	27,87	22,12	0,9380	40,87	48,26	38,30	0,9080	54,76	62,61	49,68
0,9675	23,25	28,32	22,47	0,9375	41,11	48,53	38,51	0,9075	54,98	62,82	49,86
0,9670	23,63	28,76	22,82	0,9370	41,36	48,80	38,72	0,9070	55,20	63,04	50,03
0,9665	24,00	29,20	23,17	0,9365	41,61	49,06	38,93	0,9065	55,43	63,26	50,20
0,9660	24,37	29,64	23,52	0,9360	41,85	49,33	39,14	0,9060	55,65	63,47	50,37
0,9655	24,73	30,06	23,86	0,9355	42,10	49,59	39,35	0,9055	55,87	63,69	50,54
0,9650	25,09	30,49	24,19	0,9350	42,34	49,85	39,56	0,9050	56,09	63,91	50,71
0,9645	25,45	30,91	24,53	0,9345	42,59	50,11	39,76	0,9045	56,31	64,12	50,89
0,9640	25,81	31,32	24,85	0,9340	42,83	50,37	39,97	0,9040	56,52	64,34	51,06
0,9635	26,16	31,73	25,18	0,9335	43,07	50,62	40,17	0,9035	56,74	64,55	51,23
0,9630	26,51	32,14	25,50	0,9330	43,31	50,88	40,38	0,9030	56,96	64,76	51,39
0,9625	26,85	32,54	25,82	0,9325	43,55	51,14	40,58	0,9025	57,18	64,98	51,56
0,9620	27,19	32,93	26,13	0,9320	43,79	51,39	40,78	0,9020	57,40	65,19	51,73
0,9615	27,53	33,33	26,45	0,9315	44,03	51,64	40,98	0,9015	57,62	65,40	51,90
0,9610	27,86	33,71	26,75	0,9310	44,27	51,89	41,18	0,9010	57,84	65,61	52,07
0,9605	28,19	34,10	27,06	0,9305	44,51	52,14	41,38	0,9005	58,06	65,82	52,24
0,9600	28,52	34,47	27,36	0,9300	44,75	52,39	41,58	0,9000	58,27	66,03	52,40
0,9595	28,85	34,85	27,66	0,9295	44,98	52,64	41,78	0,8995	58,49	66,24	52,57
0,9590	29,17	35,22	27,95	0,9290	45,22	52,89	41,97	0,8990	58,71	66,45	52,74
0,9585	29,49	35,59	28,24	0,9285	45,46	53,14	42,17	0,8985	58,93	66,66	52,90
0,9580	29,81	35,95	28,53	0,9280	45,69	53,39	42,37	0,8980	59,15	66,87	53,07
0,9575	30,12	36,31	28,82	0,9275	45,93	53,63	42,56	0,8975	59,36	67,08	53,23
0,9570	30,43	36,67	29,10	0,9270	46,16	53,88	42,76	0,8970	59,58	67,29	53,40
0,9565	30,74	37,02	29,38	0,9265	46,39	54,12	42,95	0,8965	59,80	67,50	53,56
0,9560	31,05	37,37	29,66	0,9260	46,63	54,36	43,14	0,8960	60,02	67,70	53,73
0,9555	31,36	37,72	29,93	0,9255	46,86	54,60	43,33	0,8955	60,23	67,91	53,89
0,9550	31,66	38,06	30,21	0,9250	47,09	54,84	43,52	0,8950	60,45	68,12	54,05
0,9545	31,96	38,40	30,48	0,9245	47,32	55,08	43,71	0,8945	60,66	68,32	54,22
0,9540	32,25	38,74	30,74	0,9240	47,55	55,32	43,90	0,8940	60,88	68,53	54,38
0,9535	32,55	39,07	31,01	0,9235	47,78	55,56	44,09	0,8935	61,10	68,73	54,54
0,9530	32,84	39,40	31,27	0,9230	48,01	55,80	44,28	0,8930	61,31	68,94	54,71
0,9525	33,13	39,73	31,53	0,9225	48,24	56,03	44,47	0,8925	61,53	69,14	54,87
0,9520	33,42	40,06	31,79	0,9220	48,47	56,27	44,65	0,8920	61,75	69,34	55,03
0,9515	33,71	40,38	32,05	0,9215	48,70	56,50	44,84	0,8915	61,96	69,55	55,19
0,9510	33,99	40,70	32,30	0,9210	48,93	56,74	45,03	0,8910	62,18	69,75	55,35
0,9505	34,28	41,02	32,55	0,9205	49,16	56,97	45,21	0,8905	62,39	69,95	55,51
0,9500	34,56	41,33	32,80	0,9200	49,39	57,21	45,40	0,8900	62,61	70,16	55,67
0,9495	33,84	41,64	33,05	0,9195	49,61	57,44	45,58	0,8895	62,82	70,36	55,83
0,9490	35,11	41,95	33,30	0,9190	49,84	57,67	45,76	0,8890	63,04	70,56	55,99
0,9485	35,39	42,26	33,54	0,9185	50,07	57,90	45,95	0,8885	63,25	70,76	56,15
0,9480	35,66	42,57	33,78	0,9180	50,29	58,13	46,13	0,8880	63,47	70,96	56,31
0,9475	35,94	42,87	34,02	0,9175	50,52	58,36	46,31	0,8875	63,68	71,16	56,47
0,9470	36,21	43,17	34,26	0,9170	50,75	58,59	46,49	0,8870	63,90	71,36	56,63
0,9465	36,48	43,47	34,50	0,9165	50,97	58,82	46,67	0,8865	64,11	71,56	56,79
0,9460	36,75	43,77	34,73	0,9160	51,20	59,05	46,86	0,8860	64,33	71,76	56,94
0,9455	37,01	44,06	34,96	0,9155	51,42	59,27	47,04	0,8855	64,54	71,96	57,10
0,9450	37,28	44,35	35,20	0,9150	51,65	59,50	47,22	0,8850	64,75	72,15	57,26
0,9445	37,54	44,64	35,43	0,9145	51,87	59,72	47,39	0,8845	64,97	72,35	57,42
0,9440	37,80	44,93	35,66	0,9140	52,09	59,95	47,57	0,8840	65,18	72,55	57,57
0,9435	38,07	45,22	35,88	0,9135	52,32	60,17	47,75	0,8835	65,40	72,74	57,73
0,9430	38,33	45,50	36,11	0,9130	52,54	60,40	47,93	0,8830	65,61	72,94	57,88
0,9425	38,59	45,79	36,34	0,9125	52,76	60,62	48,11	0,8825	65,82	73,14	58,04
0,9420	38,84	46,07	36,56	0,9120	52,99	60,84	48,28	0,8820	66,04	73,33	58,19
0,9415	39,10	46,35	36,78	0,9115	53,21	61,06	48,46	0,8815	66,25	73,53	58,35

Sigue TABLA XXIV. **Grado alcohólico deducido del peso específico**

Peso específico a 15°/15°	Alcohol % en peso	Alcohol % en volumen	Gramos de alcohol en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Alcohol % en peso	Alcohol % en volumen	Gramos de alcohol en 100 cm³	Peso específico a 15°/15°	Alcohol % en peso	Alcohol % en volumen	Gramos de alcohol en 100 cm³
0,8810	66,46	73,72	58,50	0,8515	78,79	84,47	67,03	0,8225	90,20	93,41	74,13
0,8805	66,67	73,92	58,66	0,8510	78,99	84,64	67,16	0,8220	90,39	93,55	74,24
0,8800	66,89	74,11	58,81	0,8505	79,20	84,80	67,30	0,8215	90,58	93,68	74,35
0,8795	67,10	74,30	58,96	0,8500	79,40	84,97	67,43	0,8210	90,76	93,82	74,45
0,8790	67,31	74,49	59,12	0,8495	79,60	85,14	67,57	0,8205	90,95	93,95	74,56
0,8785	67,52	74,69	59,27	0,8490	79,81	85,31	67,70	0,8200	91,13	94,09	74,66
0,8780	67,74	74,88	59,42	0,8485	80,01	85,47	67,83	0,8195	91,32	94,22	74,77
0,8775	67,95	75,07	59,57	0,8480	80,21	85,64	67,96	0 8190	91,50	94,35	74,87
0,8770	68,16	75,26	59,73	0,8475	80,42	85,81	68,09	0,8185	91,68	94,48	74,98
0,8765	68,37	75,45	59,88	0,8470	80,62	85,97	68,23	0,8180	91,87	94,61	75,08
0,8760	68,58	75,64	60,03	0,8465	80,82	86.14	68,36	0,8175	92,05	94,75	75,19
0,8755	68,80	75,84	60,18	0,8460	81,02	86,30	68.49	0,8170	92,23	94,87	75,29
0.8750	69,01	76,02	60,33	0,8455	81,22	86,46	68,62	0,8165	92,41	95,00	75,39
0,8745	69,22	76,21	60,48	0,8450	81,43	86,63	68,75	0,8160	92,59	95,13	75,49
0,8740	69,43	76,40	60,63	0,8445	81,63	86,79	68.88	0,8155	92,77	95,26	75,59
0,8735	69,64	76,59	60,78	0,8440	81,83	86,95	69,00	0,8150	92,96	95,38	75,69
0,8730	69,85	76,78	60,93	0,8435	82,03	87,11	69,13	0,8145	93,13	95,51	75,79
0,8725	70,06	76,97	61,08	0,8430	82,23	87,28	69,26	0,8140	93,31	95,63	75 89
0,8720	70,27	77,15	61,23	0,8425	82,43	87,44	69,39	0,8135	93,49	95,76	75,99
0,8715	70,48	77,34	61,38	0,8420	82,63	87,60	69.52	0,8130	93,67	95,88	76,09
0,8710	70,70	77,53	61,52	0,8415	82,83	87,76	69,64	0,8125	93,85	96.00	76,19
0,8705	70,91	77,71	61,67	0,8410	83,03	87,92	69,77	0,8120	94,03	96,13	76,29
0,8700	71,12	77,90	61,82	0,8405	83,23	88,08	69,90	0,8115	94.20	96,25	76,38
0,8695	71,33	78,08	61,97	0,8400	83,43	88,23	70,02	0,8110	94,38	96,37	76,48
0,8690	71,54	78,27	62,11	0,8395	83.63	88,39	70.15	0.8105	94,55	96,49	76,57
0,8685	71,74	78,45	62,26	0,8390	83,83	88,55	70,27	0,8100	94,73	96,61	76,67
0,8680	71,95	78,64	62,40	0 8385	84,03	88,71	70,40	0,8095	94,90	96,73	76,76
0,8675	72,16	78,82	62,55	0,8380	84,22	88.86	70,52	0,8090	95.08	96,85	76.86
0,8670	72,37	79,00	62.69	0,8375	84,42	89,02	70.65	0,8085	95.25	96,96	76,95
0,8665	72,58	79,18	62 84	0,8370	84,62	89,18	70,77	0.8080	95.43	97,08	77,04
0,8660	72,79	79,37	62,98	0,8365	84,82	89,33	70,89	0,8075	95.60	97,19	77,13
0,8655	73,00	79,55	63,13	0,8360	85,01	89,48	71,01	0.8070	95,77	97,31	77,22
0,8650	73,21	79,73	63,27	0,8355	85,21	89,64	71,14	0,8065	95,94	97,42	77,31
0,8645	73,42	79,91	63,41	0,8350	85,41	89,79	71,26	0,8060	96,11	97,54	77.40
0,8640	73,63	80,09	63.56	0,8345	85.60	89,94	71,38	0,8055	96,29	97,65	77 49
0,8635	73.83	80,27	63,70	0,8340	85.80	90,09	71,50	0,8050	96 46	97,76	77,58
0,8630	74,04	80,45	63,85	0,8335	85,99	90,24	71,62	0,8045	96,63	97,87	77,67
0,8625	74,25	80,63	63,99	0,8330	86,19	90,40	71,74	0,8040	96,79	97,99	77,76
0,8620	74.46	80,81	64,13	0,8325	86,38	90,55	71,85	0,8035	96,96	98.09	77,85
0,8615	74,67	80,99	64,27	0,8320	86,58	90,70	71,97	0,8030	97,13	98.20	77,93
0,8610	74,87	81,17	64,41	0,8315	86,77	90,84	72,09	0 8025	97.30	98,31	78,02
0,8605	75,08	81,34	64,55	0,8310	86,97	90,99	72,21	0,8020	97,47	98 42	78,10
0,8600	75,29	81,52	64.69	0,8305	87,16	91,14	72.33	0,8015	97,63	98,52	78,19
0,8595	75,50	81,70	64,84	0 8300	87,35	91,29	72,44	0,8010	97.80	98,63	78,27
0,8590	75,70	81,87	64,97	0 8295	87,55	91,43	72,56	0,8005	97,97	98,74	78.36
0,8585	75,91	82,05	65,11	0,8290	87,74	91,58	72,67	0,8000	98.13	98 84	78,44
0,8580	76,12	82,23	65,25	0 8285	87,93	91,72	72,79	0,7995	98,30	98,95	78,52
0,8575	76.32	82,40	65,39	0,8280	88,12	91,87	72.90	0,7990	98.46	99,05	78.61
0,8570	76,53	82,57	65,53	0,8275	88.31	92,01	73,02	0,7985	98,63	99,15	78 69
0,8565	76,74	82,75	65,67	0,8270	88,50	92.15	73,13	0,7980	98.79	99,26	78,77
0,8560	76,94	82,92	65,81	0,8265	88,69	92,30	73,24	0,7975	98,95	99,36	78.85
0,8555	77,15	83,10	65,94	0,8260	88.88	92,44	73,36	0,7970	99,11	99,46	78,93
0,8550	77.35	83.27	66,08	0 8255	89,07	92,58	73,47	0,7965	99.28	99,56	79,01
0,8545	77.56	83,44	66,22	0,8250	89,26	92,72	73,58	0,7960	99,44	99,66	79,08
0,8540	77,76	83,61	66.36	0.8245	89,45	92,86	73,69	0.7955	99.60	99,76	79.16
0,8535	77,97	83,78	66,49	0,8240	89,64	93,00	73.80	0,7950	99,76	99,86	79.24
0,8530	78,17	83.96	66,63	0,8235	89.83	93,14	73,91	0,7945	99,92	99,95	79,32
0,8525	78,38	84,13	66,76	0,8230	90,02	93,28	74,02	0,7925	100,00	100,00	79,36
0,8520	78,58	84,30	66,90								

Si el peso específico fué determinado sobre el líquido directamente, la tabla da directamente los tantos por ciento. Si se determinó sobre el destilado, diluído hasta el volumen primitivo, el tanto por ciento de alcohol en volumen y los gramos de alcohol en 100 cm³ se leen directamente, y por fin, las cantidades halladas se duplican si el destilado se diluyó hasta un volumen doble respecto al líquido primitivo. El alcohol por ciento en peso en el líquido primitivo se halla en cambio determinando el peso específico de este último a 15°/15° y aplicando luego la fórmula:

$$x = \frac{k\,g}{0{,}999154\,s}$$

siendo s el peso específico del líquido primitivo, g los gramos de alcohol en 100 cm³, correspondientes al peso específico del destilado, k la dilución efectuada, 0,999154 el peso de 1 cm³ de agua a 15° C. y x el tanto por ciento de alcohol en peso en el líquido en examen.

Los mismos procedimientos están indicados en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.*

3. Determinación directa del grado alcohólico mediante los alcohómetros.—En la práctica comercial se suele evitar la determinación del peso específico y el uso de las tablas determinando directamente el grado alcohólico mediante areómetros expresamente graduados llamados *Alcohómetros.*

El más usado es el *Alcohómetro de Gay Lussac,* que está graduado a 15° C y da el grado de alcohol en volumen (centímetros cúbicos de alcohol etílico en 100 cm³ de líquido a 15° C). Pero el *Alcohómetro oficial italiano* es el *de Tralles,* que difiere del precedente solamente en estar graduado a 15°,56 C (12° y $^4/_9$ Réaumur = 15° y $^5/_9$ C = 60° Fahrenheit), de donde que sus indicaciones discrepen muy poco de las del alcohómetro de Gay-Lussac. Los alcohómetros oficiales italianos llevan un termómetro en su parte inferior, y están ordinariamente constituídos por una serie de tres piezas, cuyas graduaciones van respectivamente de 0 a 47 grados alcohométricos (divididos en medios grados), de 45 a 77 (divididos en quintos de grado) y de 75 a 100 (divididos en décimas).

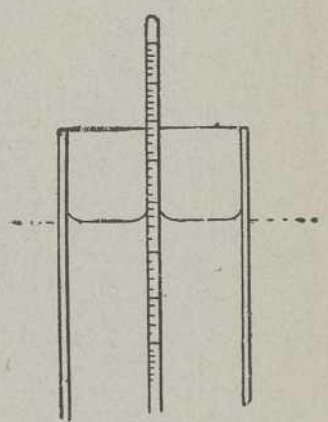


Fig. 59.

Para emplear un alcohómetro se debe limpiar y secar cuidadosamente, y hundirlo luego en el líquido contenido en una probeta y

TABLA XXV. **Corrección del grado alcohométrico Gay-Lussac para referirlo a 15° C.**

Temperatura C	GRADO APARENTE SEÑALADO POR EL ALCOHOMETRO																								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
	Grado real a la temperatura normal																								
10°	1,4	2,4	3,4	4,5	5,5	6,5	7,5	8,5	9,5	10,6	11,7	12,7	13,8	14,9	16,0	17,0	18,1	19,2	20,2	21,3	22,4	23,5	24,6	25,7	26,8
11	1,3	2,4	3,4	4,4	5,4	6,4	7,4	8,4	9,4	10,5	11,6	12,6	13,6	14,7	15,8	16,8	17,9	19,0	20,0	21,0	22,1	23,2	24,3	25,4	26,5
12	1,2	2,3	3,3	4,3	5,3	6,3	7,3	8,3	9,3	10,4	11,5	12,5	13,5	14,6	15,6	16,6	17,6	18,7	19,7	20,7	21,8	22,9	24,0	25,1	26,1
13	1,2	2,2	3,2	4,2	5,2	6,2	7,2	8,2	9,2	10,3	11,4	12,4	13,4	14,4	15,4	16,4	17,4	18,5	19,5	20,5	21,5	22,6	23,6	24,7	25,7
14	1,1	2,1	3,1	4,1	5,1	6,1	7,1	8,1	9,1	10,2	11,2	12,2	13,2	14,2	15,2	16,2	17,2	18,2	19,2	20,2	21,2	22,3	23,3	24,3	25,3
15	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0	8,0	9,0	10,0	11,0	12,0	13,0	14,0	15,0	16,0	17,0	18,0	19,0	20,0	21,0	22,0	23,0	24,0	25,0
16	0,9	1,9	2,9	3,9	4,9	5,9	6,9	7,9	8,9	9,9	10,9	11,9	12,9	13,9	14,9	15,9	16,8	17,8	18,7	19,7	20,7	21,7	22,7	23,7	24,7
17	0,8	1,8	2,8	3,8	4,8	5,8	6,8	7,8	8,8	9,8	10,8	11,7	12,7	13,7	14,7	15,6	16,6	17,5	18,4	19,4	20,4	21,4	22,4	23,4	24,4
18	0,7	1,7	2,7	3,7	4,7	5,7	6,7	7,7	8,7	9,7	10,7	11,6	12,5	13,5	14,5	15,4	16,3	17,3	18,2	19,1	20,1	21,1	22,0	23,0	24,0
19	0,6	1,6	2,6	3,6	4,5	5,5	6,5	7,5	8,5	9,5	10,5	11,4	12,4	13,3	14,3	15,2	16,1	17,0	17,9	18,8	19,8	20,8	21,7	22,7	23,6
20	0,5	1,5	2,4	3,4	4,4	5,4	6,4	7,3	8,3	9,3	10,3	11,2	12,2	13,1	14,0	14,8	15,8	16,7	17,6	18,5	19,5	20,5	21,4	22,4	23,3
21	0,4	1,4	2,3	3,3	4,3	5,2	6,2	7,1	8,1	9,1	10,1	11,0	11,9	12,8	13,7	14,6	15,5	16,4	17,3	18,2	19,1	20,1	21,1	22,1	23,0
22	0,3	1,3	2,2	3,2	4,1	5,1	6,1	7,0	7,9	8,9	9,9	10,8	11,7	12,6	13,5	14,4	15,3	16,2	17,0	17,9	18,8	19,8	20,7	21,7	22,6
23	0,1	1,1	2,1	3,1	4,0	4,9	5,9	6,8	7,8	8,7	9,7	10,6	11,5	12,4	13,3	14,1	15,0	15,9	16,7	17,6	18,5	19,5	20,4	21,4	22,3
24		1,0	1,9	2,9	3,8	4,8	5,8	6,7	7,6	8,5	9,5	10,4	11,3	12,2	13,1	13,9	14,8	15,7	16,5	17,4	18,3	19,2	20,1	21,1	21,9
25		0,8	1,7	2,7	3,6	4,6	5,5	6,5	7,4	8,3	9,3	10,2	11,1	12,0	12,8	13,6	14,5	15,4	16,2	17,1	18,0	18,9	19,8	20,7	21,6

Sigue TABLA XXV. **Corrección del grado alcohométrico Gay-Lussac para referirlo a 15° C.**

Temperatura C	GRADO APARENTE SEÑALADO POR EL ALCOHÓMETRO																								
	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50
	Grado real a la temperatura normal																								
10°	27,9	29,0	30,0	31,0	32,0	33,0	34,0	35,0	36,0	37,0	38,0	39,0	40,0	41,0	42,0	43,0	44,0	45,0	46,0	46,9	47,9	48,9	49,9	50,9	51,8
11	27,6	28,6	29,6	30,6	31,6	32,6	33,6	34,6	35,6	36,6	37,6	38,6	39,6	40,6	41,6	42,6	43,6	44,6	45,6	46,6	47,6	48,6	49,5	50,5	51,5
12	27,2	28,2	29,2	30,2	31,2	32,2	33,2	34,2	35,2	36,2	37,2	38,2	39,2	40,2	41,2	42,2	43,2	44,2	45,2	46,2	47,2	48,2	49,2	50,2	51,1
13	26,8	27,8	28,8	29,8	30,8	31,8	32,8	33,8	34,8	35,8	36,8	37,8	38,8	39,8	40,8	41,8	42,8	43,8	44,8	45,8	46,8	47,8	48,8	49,8	50,8
14	26,4	27,4	28,4	29,4	30,4	31,4	32,4	33,4	34,4	35,4	36,4	37,4	38,4	39,4	40,4	41,4	42,4	43,4	44,4	45,4	46,4	47,4	48,4	49,4	50,4
15	26,0	27,0	28,0	29,0	30,0	31,0	32,0	33,0	34,0	35,0	36,0	37,0	38,0	39,0	40,0	41,0	42,0	43,0	44,0	45,0	46,0	47,0	48,0	49,0	50,0
16	25,7	26,6	27,6	28,6	29,6	30,6	31,6	32,5	33,5	34,5	35,5	36,5	37,5	38,5	39,5	40,6	41,6	42,6	43,6	44,6	45,6	46,6	47,6	48,6	49,6
17	25,4	26,3	27,3	28,2	29,2	30,2	31,2	32,1	33,1	34,1	35,1	36,1	37,1	38,1	39,1	40,2	41,2	42,2	43,2	44,2	45,2	46,2	47,2	48,3	49,3
18	25,0	25,9	26,9	27,8	28,8	29,8	30,8	31,7	32,7	33,7	34,7	35,7	36,7	37,7	38,7	39,8	40,8	41,8	42,8	43,8	44,9	45,9	46,9	47,9	48,9
19	24,6	25,6	26,5	27,4	28,4	29,4	30,4	31,3	32,3	33,3	34,3	35,3	36,3	37,3	38,3	39,4	40,4	41,4	42,5	43,5	44,5	45,5	46,5	47,5	48,5
20	24,3	25,2	26,2	27,1	28,0	29,0	30,0	30,9	31,9	32,9	33,9	34,9	35,9	36,9	37,9	39,0	40,0	41,0	42,1	43,1	44,1	45,1	46,1	47,2	48,2
21	23,9	24,8	25,8	26,7	27,6	28,6	29,6	30,5	31,5	32,5	33,5	34,5	35,5	36,5	37,5	38,6	39,6	40,6	41,7	42,7	43,7	44,8	45,8	46,8	47,8
22	23,6	24,4	25,4	26,3	27,2	28,2	29,2	30,1	31,1	32,1	33,1	34,1	35,1	36,1	37,1	38,2	39,2	40,2	41,3	42,3	43,3	44,3	45,3	46,4	47,4
23	23,2	24,1	25,0	25,9	26,8	27,8	28,8	29,7	30,7	31,7	32,7	33,7	34,7	35,7	36,7	37,8	38,8	39,8	40,9	41,9	42,9	43,9	44,9	46,0	47,0
24	22,8	23,7	24,6	25,5	26,4	27,4	28,4	29,3	30,3	31,3	32,3	33,3	34,3	35,3	36,3	37,4	38,4	39,4	40,5	41,5	42,5	43,6	44,6	45,6	46,6
25	22,5	23,3	24,3	25,2	26,1	27,0	28,0	28,9	29,9	30,9	31,9	32,9	33,9	34,9	35,9	37,0	38,0	39,0	40,1	41,1	42,2	43,2	44,2	45,2	46,3

Sigue TABLA XXV. **Corrección del grado alcohométrico Gay-Lussac para referirlo a 15° C.**

Temperatura C	GRADO APARENTE SEÑALADO POR EL ALCOHÓMETRO																								
	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71	72	73	74	75
	Grado real a la temperatura normal																								
10°	52,8	53,8	54,8	55,8	56,8	57,8	58,8	59,7	60,7	61,7	62,7	63,7	64,7	65,7	66,7	67,6	68,6	69,6	70,6	71,6	72,6	73,5	74,5	75,5	76,5
11	52,5	53,5	54,4	55,4	56,4	57,4	58,4	59,4	60,4	61,4	62,4	63,4	64,4	65,4	66,4	67,3	68,3	69,3	70,3	71,3	72,3	73,2	74,2	75,2	76,2
12	52,1	53,1	54,1	55,0	56,0	57,0	58,0	59,0	60,0	61,0	62,0	63,0	64,0	65,0	66,0	67,0	68,0	69,0	70,0	71,0	72,0	72,9	73,9	74,9	75,9
13	51,8	52,7	53,7	54,7	55,7	54,7	57,7	58,7	59,7	60,7	61,7	62,7	63,7	64,7	65,7	66,7	67,7	68,7	69,6	70,6	71,6	72,6	73,6	74,6	75,6
14	51,4	52,3	53,3	54,3	55,3	56,3	57,3	58,3	59,3	60,3	61,3	62,3	63,3	64,3	65,3	66,3	67,3	68,3	69,3	70,3	71,3	72,3	73,3	74,3	75,3
15	51,0	52,0	53,0	54,0	55,0	56,0	57,0	58,0	59,0	60,0	61,0	62,0	63,0	64,0	65,0	66,0	67,0	68,0	69,0	70,0	71,0	72,0	73,0	74,0	75,0
16	50,6	51,6	52,6	53,6	54,6	55,6	56,6	57,6	58,6	59,6	60,6	61,7	62,7	63,7	64,7	65,7	66,7	67,7	68,7	69,7	70,7	71,7	72,7	73,7	74,7
17	50,3	51,3	52,3	53,3	54,3	55,3	56,3	57,3	58,3	59,3	60,3	61,3	62,3	63,3	64,3	65,3	66,3	67,3	68,3	69,3	70,3	71,3	72,3	73,3	74,3
18	49,9	50,9	51,9	52,9	53,9	51,9	55,9	56,9	57,9	58,9	59,9	61,0	62,0	63,0	64,0	65,0	66,0	67,0	68,0	69,0	70,0	71,0	72,0	73,0	74,0
19	49,5	50,6	51,6	52,6	53,6	54,6	55,6	56,6	57,6	58,6	59,6	60,6	61,6	62,7	63,7	64,7	65,7	66,7	67,7	68,7	69,7	70,7	71,7	72,7	73,7
20	49,2	50,2	51,2	52,2	53,2	54,2	55,2	56,2	57,2	58,2	59,2	60,3	61,3	62,3	63,3	64,3	65,3	66,3	67,3	68,3	69,4	70,4	71,4	72,4	73,4
21	48,8	49,8	50,8	51,8	52,9	53,9	54,9	55,9	56,9	57,9	58,9	59,9	61,0	62,0	63,0	64,0	65,0	66,0	67,0	68,1	69,1	70,1	71,1	72,1	73,1
22	48,4	49,4	50,4	51,4	52,5	53,5	54,5	55,4	56,5	57,5	58,5	59,5	60,6	61,6	62,7	63,7	64,7	65,7	66,7	67,8	68,8	69,8	70,8	71,8	72,8
23	48,0	49,1	50,1	51,1	52,1	53,1	54,1	55,1	56,1	57,1	58,1	59,2	60,2	61,3	62,3	63,3	64,3	65,4	66,4	67,4	68,4	69,4	70,5	71,5	72,5
24	47,6	48,7	49,7	50,7	51,8	52,8	53,8	54,8	55,8	56,8	57,8	58,9	59,9	61,0	62,0	63,0	64,0	65,0	66,0	67,1	68,1	69,1	70,1	71,2	72,2
25	47,3	48,3	49,3	50,3	51,4	52,4	53,4	54,4	55,5	56,5	57,5	58,5	59,5	60,6	61,6	62,6	63,7	64,7	65,7	66,7	67,8	68,8	69,8	70,8	71,8

Sigue TABLA XXV. **Corrección del grado alcohométrico Gay-Lussac para referirlo a 15° C.**

Temperatura C	GRADO APARENTE SEÑALADO POR EL ALCOHÓMETRO																								
	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86	87	88	89	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100
	Grado real a la temperatura normal																								
10°	77,5	78,5	79,5	80,5	81,5	82,4	83,4	84,4	85,4	86,4	87,4	88,3	89,3	90,2	91,2	92,2	93,2	94,2	95,1	96,0	97,0	98,0	98,9	99,9	
11	77,2	78,2	79,2	80,2	81,2	82,2	83,1	84,1	85,1	86,1	87,1	88,0	89.0	90,0	91,0	92,0	92,9	93,9	94,9	95,8	96,8	97,8	98,7	99,7	
12	76,9	77,9	78,9	79,9	80,9	81,9	82,9	83,9	84,8	85,8	86,8	87,8	88,7	89,7	90,7	91,7	92,7	93,7	94,7	95,6	96,6	97,6	98,5	99,5	
13	76,6	77,6	78,6	79,6	80,6	81,6	82,6	83,6	84,6	85,5	86,5	87,5	88,5	89,5	90,5	91,5	92,5	93,5	94,4	95,4	96,4	97,4	98,4	99,3	
14	76,3	77,3	78,3	79,3	80,3	81,3	82,3	83,3	84,3	85,3	86,3	87,3	88,2	89,2	90,2	91,2	92,2	93,2	94,2	95,2	96,2	97,2	98,2	99,2	
15	76,0	77,0	78,0	79,0	80,0	81,0	82,0	83,0	84,0	85,0	86,0	87,0	88,0	89,0	90,0	91,0	92,0	93,0	94,0	95,0	96,0	97,0	98,0	99,0	100
16	75,7	76,7	77,7	78,7	79,7	80,7	81,7	82,7	83,7	84,7	85,7	86,7	87,7	88,7	89,7	90,8	91,8	92,8	93,8	94,8	95,8	96,8	97,8	98,8	99,8
17	75,4	76,4	77,4	78,4	79,4	80,4	81,4	82,4	83,4	84,4	85,4	86,4	87,4	88,4	89,5	90,5	91,5	92,6	93,6	94,6	95,6	96,6	97,6	98,7	99,7
18	75,1	76,1	77,1	78,1	79,1	80,1	81,1	82,1	83,1	84,1	85,2	86,2	87,2	88,2	89,2	90,2	91,3	92,3	93,3	94,3	95,4	96,4	97,4	98,5	99,5
19	74,7	75,8	76,8	77,8	78,8	79,8	80,8	81,9	82,9	83,9	84,9	85,9	86,9	87,9	88,9	90,0	91,1	92,1	93,1	94,1	95,2	96,2	97,2	98,3	99,3
20	74,4	75,5	76,5	77,5	78,5	79,5	80,5	81,6	82,6	83,6	84,6	85,6	86,6	87,7	88,7	89,7	90,8	91,8	92,9	93,9	95,0	96,0	97,1	98,1	99,1
21	74,1	75,2	76,2	77,2	78,2	79,2	80,2	81,3	82,3	83,3	84,3	85,3	86,4	87,4	88,4	89,5	90,5	91,6	92,6	93,7	94,7	95,8	96,9	97,9	99,0
22	73,8	74,8	75,9	76,9	77,9	78,9	79,9	81,0	82,0	83,0	84,0	85,0	86,1	87,1	88,2	89,2	90,2	91,3	92,4	93,4	94,5	95,6	96,7	97,7	98,8
23	73,5	74,5	75,5	76,6	77,6	78,6	79,6	80,7	81,7	82,7	83,8	84,8	85,8	86,8	87,9	89,0	90,0	91,1	92,1	93,2	94,3	95,4	96,5	97,5	98,6
24	73,2	74,2	75,2	76,3	77,3	78,3	79,3	80,4	81,4	82,4	83,5	84,5	85,5	86,5	87,6	88,7	89,7	90,8	91,9	93,0	94,1	95,2	96,2	97,3	98,4
25	72,8	73,9	74,9	76,0	77,0	78,0	79,0	80,1	81,1	82,1	83,2	84,2	85,2	86,3	87,4	88,4	89,5	90,6	91,6	92,7	93,8	94,9	96,0	97,1	98,2

TABLA XXVI. **Corrección del grado alcohométrico Tralles para referirlo a 15°,56 C.**

Temperatura C	GRADO APARENTE SEÑALADO POR EL ALCOHÓMETRO																								
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
	Grado real a la temperatura normal																								
0°	0,4	1,4	2,5	3,6	4,6	5,6	6,7	7,8	8,9	10,0	11,0	12,3	13,5	14,8	16,1	17,6	19,1	20,5	22,0	23,5	24,8	26,1	27,4	28,8	30,1
1	0,3	1,4	2,5	3,6	4,6	5,6	6,7	7,8	8,9	10,0	11,0	12,3	13,5	14,8	16,0	17,5	18,9	20,3	21,8	23,2	24,5	25,7	27,0	28,4	29,6
2	0,3	1,4	2,5	3,6	4,6	5,6	6,7	7,8	8,9	10,0	11,0	12,2	13,4	14,7	16,0	17,4	18,7	20,1	21,5	22,9	24,1	25,4	26,6	28,0	29,2
3	0,3	1,4	2,5	3,6	4,6	5,6	6,7	7,7	8,8	9,9	10,9	12,2	13,4	14,7	15,9	17,2	18,6	19,9	21,3	22,5	23,8	25,0	26,3	27,5	28,7
4	0,3	1,4	2,5	3,6	4,6	5,6	6,7	7,7	8,8	9,9	10,9	12,1	13,3	14,6	15,9	17,1	18,4	19,7	21,0	22,2	23,4	24,7	25,9	27,1	28,3
5	0,3	1,4	2,5	3,6	4,6	5,6	6,7	7,7	8,8	9,9	10,9	12,1	13,3	14,6	15,8	17,0	18,2	19,5	20,8	21,9	23,1	24,3	25,5	26,7	27,8
6	0,3	1,4	2,5	3,6	4,6	5,6	6,7	7,7	8,8	9,8	10,9	12,0	13,2	14,5	15,6	16,8	18,0	19,3	20,5	21,6	22,8	24,0	25,2	26,4	27,5
7	0,3	1,4	2,5	3,5	4,6	5,6	6,6	7,6	8,7	9,8	10,8	12,0	13,1	14,3	15,5	16,6	17,8	19,1	20,3	21,4	22,5	23,7	24,9	26,0	27,1
8	0,3	1,4	2,4	3,5	4,5	5,5	6,6	7,6	8,7	9,7	10,8	11,9	13,0	14,2	15,3	16,5	17,6	18,9	20,0	21,1	22,3	23,4	24,5	25,7	26,8
9	0,3	1,4	2,4	3,4	4,5	5,5	6,5	7,5	8,6	9,7	10,7	11,9	12,9	14,0	15,2	16,3	17,4	18,6	19,8	20,9	22,0	23,1	24,2	25,3	26,4
10	0,3	1,4	2,4	3,4	4,5	5,5	6,5	7,5	8,6	9,6	10,7	11,8	12,8	13,9	15,0	16,1	17,2	18,4	19,5	20,6	21,7	22,8	23,9	25,0	26,1
11	0,2	1,3	2,3	3,3	4,4	5,4	6,4	7,4	8,5	9,5	10,6	11,7	12,7	13,7	14,8	15,9	17,0	18,2	19,2	20,3	21,4	22,5	23,6	24,6	25,7
12	0,2	1,3	2,3	3,3	4,3	5,3	6,3	7,3	8,4	9,4	10,5	11,5	12,5	13,6	14,6	15,7	16,8	17,9	19,0	20,0	21,1	22,2	23,2	24,3	25,3
13	0,1	1,2	2,2	3,2	4,3	5,3	6,3	7,3	8,3	9,3	10,3	11,4	12,4	13,4	14,5	15,6	16,6	17,7	18,7	19,8	20,8	21,8	22,9	23,9	25,0
14	0,1	1,2	2,2	3,2	4,2	5,2	6,2	7,2	8,2	9,2	10,2	11,2	12,2	13,3	14,3	15,4	16,4	17,4	18,5	19,5	20,5	21,5	22,5	23,6	24,6
15	0,0	1,1	2,1	3,1	4,1	5,1	6,1	7,1	8,1	9,1	10,1	11,1	12,1	13,1	14,1	15,2	16,2	17,2	18,2	19,2	20,2	21,2	22,2	23,2	24,2
16		1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0	7,9	8,9	9,9	10,9	11,9	12,9	13,9	15,0	15,9	16,9	17,9	18,9	19,9	20,9	21,9	22,9	23,9
17		0,9	1,9	2,8	3,8	4,8	5,8	6,8	7,8	8,8	9,8	10,8	11,7	12,7	13,7	14,7	15,7	16,6	17,6	18,6	19,6	20,6	21,6	22,6	23,5
18		0,7	1,7	2,7	3,7	4,7	5,7	6,7	7,6	8,6	9,6	10,6	11,6	12,6	13,5	14,5	15,4	16,4	17,3	18,2	19,2	20,2	21,2	22,2	23,2
19		0,6	1,6	2,5	3,5	4,5	5,5	6,5	7,5	8,5	9,5	10,5	11,4	12,4	13,3	14,2	15,2	16,1	17,0	17,9	18,9	19,9	20,9	21,9	22,8
20		0,5	1,5	2,4	3,4	4,4	5,4	6,4	7,3	8,3	9,3	10,3	11,2	12,2	13,1	14,0	14,9	15,8	16,7	17,6	18,6	19,6	20,6	21,6	22,5
21		0,4	1,4	2,3	3,3	4,2	5,2	6,2	7,1	8,1	9,1	10,1	11,0	12,0	12,9	13,8	14,7	15,6	16,4	17,3	18,3	19,3	20,3	21,2	22,1
22		0,3	1,3	2,2	3,1	4,1	5,1	6,0	7,0	7,9	8,9	9,9	10,8	11,7	12,7	13,6	14,4	15,3	16,2	17,1	18,0	19,0	20,0	20,9	21,8
23		0,3	1,2	2,1	3,0	3,9	4,9	5,9	6,8	7,8	8,7	9,6	10,5	11,5	12,4	13,3	14,2	15,1	15,9	16,8	17,8	18,7	19,6	20,5	21,4
24		0,2	1,1	2,0	2,8	3,8	4,8	5,7	6,7	7,6	8,5	9,4	10,3	11,2	12,2	13,1	13,9	14,8	15,7	16,6	17,5	18,4	19,3	20,2	21,1
25		0,1	1,0	1,9	2,7	3,6	4,6	5,5	6,5	7,4	8,3	9,2	10,1	11,0	12,0	12,9	13,7	14,6	15,4	16,3	17,2	18,1	19,0	19,8	20,7
26		0,1	0,9	1,8	2,6	3,4	4,4	5,3	6,3	7,2	8,1	9,0	9,9	10,8	11,7	12,6	13,4	14,3	15,1	16,0	16,9	17,8	18,7	19,5	20,4
27		0,1	0,9	1,7	2,5	3,3	4,2	5,1	6,1	7,0	7,9	8,8	9,6	10,5	11,4	12,3	13,1	14,0	14,8	15,7	16,6	17,5	18,4	19,2	20,1
28			0,8	1,6	2,3	3,1	4,1	5,0	5,9	6,8	7,7	8,5	9,4	10,3	11,2	12,0	12,9	13,7	14,5	15,4	16,3	17,1	18,0	18,8	19,7
29			0,8	1,5	2,2	3,0	3,9	4,8	5,7	6,6	7,5	8,3	9,1	10,0	10,9	11,7	12,6	13,4	14,3	15,1	16,0	16,8	17,7	18,5	19,4
30			0,7	1,4	2,1	2,8	3,7	4,6	5,5	6,4	7,3	8,1	8,9	9,8	10,6	11,4	12,3	13,1	14,0	14,8	15,7	16,5	17,4	18,2	19,1

Sigue TABLA XXVI. **Corrección del grado alcohométrico Tralles para referirlo a 15°,56 C.**

Temperatura C	GRADO APARENTE SEÑALADO POR EL ALCOHÓMETRO																								
	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49
	Grado real a la temperatura normal																								
0°	31,2	32,3	33,4	34,5	35,5	36,5	37,5	38,5	39,5	40,5	41,4	42,3	43,3	44,2	45,1	46,1	47,0	48,0	48,9	49,9	50,8	51,8	52,7	53,7	54,6
1	30,8	31,9	33,0	34,0	35,1	36,1	37,1	38,1	39,1	40,1	41,0	41,9	42,9	43,8	44,7	45,7	46,6	47,6	48,5	49,5	50,4	51,4	52,3	53,3	54,3
2	30,3	31,4	32,5	33,6	34,6	35,6	36,7	37,7	38,7	39,6	40,6	41,5	42,5	43,4	44,3	45,3	46,2	47,2	48,1	49,1	50,1	51,1	52,0	53,0	53,9
3	29,9	31,0	32,1	33,1	34,1	35,2	36,2	37,2	38,2	39,2	40,1	41,1	42,1	43,0	44,0	44,9	45,9	46,9	47,8	48,8	49,7	50,7	51,6	52,6	53,6
4	29,4	30,5	31,6	32,7	33,7	34,7	35,8	36,8	37,8	38,7	39,7	40,7	41,7	42,6	43,6	44,5	45,5	46,5	47,4	48,4	49,4	50,4	51,3	52,3	53,2
5	29,0	30,1	31,2	32,2	33,3	34,3	35,4	36,4	37,4	38,3	39,3	40,3	41,3	42,2	43,2	44,1	45,1	46,1	47,0	48,0	49,0	50,0	50,9	51,9	52,9
6	28,6	29,7	30,8	31,8	32,9	33,9	35,0	36,0	37,0	37,9	38,9	39,9	40,9	41,8	42,8	43,7	44,7	45,7	46,6	47,6	48,6	49,6	50,5	51,5	52,5
7	28,2	29,3	30,4	31,4	32,5	33,5	34,6	35,6	36,6	37,5	38,5	39,5	40,5	41,4	42,4	43,3	44,3	45,3	46,2	47,2	48,2	49,2	50,2	51,2	52,2
8	27,9	29,0	30,1	31,1	32,1	33,1	34,1	35,1	36,1	37,1	38,1	39,0	40,0	41,0	42,0	43,0	43,9	44,9	45,9	46,9	47,9	48,9	49,8	50,8	51,8
9	27,5	28,6	29,7	30,7	31,7	32,7	33,7	34,7	35,7	36,7	37,7	38,6	39,6	40,6	41,6	42,6	43,5	44,5	45,5	46,5	47,5	48,5	49,5	50,5	51,5
10	27,1	28,2	29,3	30,3	31,3	32,3	33,3	34,3	35,3	36,3	37,3	38,2	39,2	40,2	41,2	42,2	43,1	44,1	45,1	46,1	47,1	48,1	49,1	50,1	51,1
11	26,7	27,8	28,9	29,9	30,9	31,9	32,9	33,9	34,9	35,9	36,9	37,8	38,8	39,8	40,8	41,8	42,7	43,7	44,7	45,7	46,7	47,7	48,7	49,7	50,7
12	26,3	27,4	28,5	29,5	30,5	31,5	32,5	33,5	34,5	35,5	36,5	37,4	38,4	39,4	40,4	41,4	42,3	43,3	44,3	45,3	46,3	47,3	48,3	49,3	50,3
13	26,0	27,0	28,0	29,0	30,0	31,0	32,0	33,0	34,0	35,0	36,0	37,0	38,0	39,0	40,0	41,0	42,0	43,0	44,0	45,0	46,0	47,0	48,0	49,0	50,0
14	25,6	26,6	27,6	28,6	29,6	30,6	31,6	32,6	33,6	34,6	35,6	36,6	37,6	38,6	39,6	40,6	41,6	42,6	43,6	44,6	45,6	46,6	47,6	48,6	49,6
15	25,2	26,2	27,2	28,2	29,2	30,2	31,2	32,2	33,2	34,2	35,2	36,2	37,2	38,2	39,2	40,2	41,2	42,2	43,2	44,2	45,2	46,2	47,2	48,2	49,2
16	24,9	25,9	26,8	27,8	28,8	29,8	30,8	31,8	32,8	33,8	34,8	35,8	36,8	37,8	38,8	39,8	40,8	41,8	42,8	43,8	44,8	45,8	46,8	47,8	48,8
17	24,5	25,5	26,5	27,5	28,4	29,4	30,4	31,4	32,4	33,4	34,4	35,4	36,4	37,4	38,4	39,4	40,4	41,4	42,4	43,4	44,4	45,4	46,4	47,4	48,4
18	24,2	25,2	26,1	27,1	28,1	29,1	30,1	31,0	32,0	33,0	34,0	35,0	35,9	37,0	38,0	39,0	40,0	41,0	42,1	43,1	44,1	45,1	46,1	47,1	48,1
19	23,8	24,8	25,8	26,8	27,7	28,7	29,7	30,6	31,6	32,6	33,6	34,6	35,5	36,6	37,6	38,6	39,6	40,6	41,7	42,7	43,7	44,7	45,7	46,7	47,7
20	23,5	24,5	25,4	26,4	27,3	28,3	29,3	30,2	31,2	32,2	33,2	34,2	35,1	36,2	37,2	38,2	39,2	40,2	41,3	42,3	43,3	44,3	45,3	46,3	47,3
21	23,1	24,1	25,0	26,0	26,9	27,9	28,9	29,8	30,8	31,8	32,8	33,8	34,7	35,8	36,8	37,8	38,8	39,8	40,9	41,9	42,9	43,9	44,9	45,9	46,9
22	22,7	23,7	24,6	25,6	26,5	27,5	28,5	29,4	30,4	31,4	32,4	33,4	34,3	35,4	36,4	37,4	38,4	39,4	40,5	41,5	42,5	43,5	44,5	45,5	46,5
23	22,4	23,4	24,3	25,2	26,1	27,1	28,0	29,0	30,0	31,0	32,0	33,0	34,0	35,0	36,0	37,0	38,0	39,1	40,1	41,1	42,1	43,1	44,2	45,2	46,2
24	22,0	23,0	23,9	24,8	25,7	26,7	27,6	28,6	29,6	30,6	31,6	32,6	33,6	34,6	35,6	36,6	37,6	38,7	39,7	40,7	41,7	42,7	43,8	44,8	45,8
25	21,6	22,6	23,5	24,4	25,3	26,3	27,2	28,2	29,2	30,2	31,2	32,2	33,2	34,2	35,2	36,2	37,2	38,3	39,3	40,3	41,3	42,3	43,4	44,4	45,4
26	21,3	22,2	23,1	24,0	24,9	25,9	26,8	27,8	28,8	29,8	30,8	31,8	32,8	33,8	34,8	35,8	36,8	37,9	38,9	39,9	40,9	41,9	43,0	44,0	45,0
27	20,9	21,9	22,8	23,7	24,6	25,5	26,4	27,4	28,4	29,4	30,4	31,4	32,4	33,4	34,4	35,4	36,4	37,5	38,5	39,5	40,5	41,5	42,6	43,6	44,6
28	20,6	21,5	22,4	23,3	24,2	25,2	26,1	27,0	28,0	29,0	29,9	30,9	31,9	32,9	33,9	35,0	36,0	37,0	38,1	39,1	40,1	41,2	42,2	43,2	44,3
29	20,2	21,2	22,1	23,0	23,9	24,8	25,7	26,6	27,6	28,6	29,5	30,5	31,5	32,5	33,5	34,6	35,6	36,6	37,7	38,7	39,7	40,8	41,8	42,8	43,9
30	19,9	20,8	21,7	22,6	23,5	24,4	25,3	26,2	27,2	28,2	29,1	30,1	31,1	32,1	33,1	34,2	35,2	36,2	37,3	38,3	39,3	40,4	41,4	42,4	43,5

Sigue TABLA XXVI. **Corrección del grado alcohométrico Tralles para referirlo a 15°,56 C.**

Temperatura C	GRADO APARENTE SEÑALADO POR EL ALCOHÓMETRO																								
	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71	72	73	74
	Grado real a la temperatura normal																								
0°	55,6	56,5	57,5	58,5	59,4	60,4	61,4	62,3	63,3	64,3	65,2	66,2	67,2	68,1	69,1	70,0	71,0	72,0	72,9	73,9	74,8	75,8	76,8	77,8	78,7
1	55,2	56,2	57,2	58,1	59,1	60,1	61,0	62,0	63,0	64,0	64,9	65,9	66,9	67,8	68,8	69,7	70,7	71,7	72,6	73,6	74,5	75,5	76,5	77,5	78,4
2	54,9	55,8	56,8	57,8	58,7	59,7	60,7	61,6	62,6	63,6	64,6	65,6	66,6	67,5	68,5	69,4	70,4	71,4	72,3	73,3	74,2	75,2	76,2	77,2	78,1
3	54,5	55,5	56,5	57,4	58,4	59,4	60,3	61,3	62,3	63,3	64,2	65,2	66,2	67,1	68,1	69,1	70,0	71,0	72,0	73,0	74,0	74,9	75,9	76,9	77,9
4	54,2	55,1	56,1	57,1	58,0	59,0	60,0	60,9	61,9	62,9	63,9	64,9	65,9	66,8	67,8	68,8	69,7	70,7	71,7	72,7	73,7	74,6	75,6	76,6	77,6
5	53,8	54,8	55,8	56,7	57,7	58,7	59,6	60,6	61,6	62,6	63,6	64,6	65,6	66,5	67,5	68,5	69,4	70,4	71,4	72,4	73,4	74,3	75,3	76,3	77,3
6	53,5	54,4	55,4	56,4	57,4	58,4	59,3	60,3	61,3	62,3	63,3	64,3	65,3	66,2	67,2	68,2	69,1	70,1	71,0	72,1	73,1	74,0	75,0	76,0	77,0
7	53,1	54,1	55,1	56,0	57,0	58,0	58,9	59,9	60,9	61,9	62,9	63,9	64,9	65,9	66,9	67,9	68,8	69,8	70,8	71,8	72,8	73,7	74,7	75,7	76,7
8	52,8	53,7	54,7	55,7	56,7	57,7	58,6	59,6	60,6	61,6	62,6	63,6	64,6	65,5	66,5	67,5	68,4	69,4	70,4	71,4	72,4	73,3	74,3	75,3	76,3
9	52,4	53,4	54,4	55,3	56,3	57,3	58,2	59,2	60,2	61,2	62,2	63,2	64,2	65,2	66,2	67,2	68,1	69,1	70,1	71,1	72,1	73,0	74,0	75,0	76,0
10	52,1	53,0	54,0	55,0	56,0	57,0	57,9	58,9	59,9	60,9	61,9	62,9	63,9	64,9	65,9	66,9	67,8	68,8	69,8	70,8	71,8	72,7	73,7	74,7	75,7
11	51,7	52,6	53,6	54,6	55,6	56,6	57,6	58,6	59,6	60,6	61,6	62,6	63,6	64,6	65,6	66,6	67,5	68,5	69,5	70,5	71,5	72,4	73,4	74,4	75,4
12	51,3	52,3	53,3	54,3	55,3	56,3	57,2	58,2	59,2	60,2	61,2	62,2	63,2	64,2	65,2	66,2	67,2	68,2	69,2	70,2	71,2	72,1	73,1	74,1	75,1
13	51,0	51,9	52,9	53,9	54,9	55,9	56,9	57,9	58,9	59,9	60,9	61,9	62,9	63,9	64,9	65,9	66,8	67,8	68,8	69,8	70,8	71,8	72,8	73,8	74,8
14	50,6	51,6	52,6	53,6	54,6	55,6	56,5	57,5	58,5	59,5	60,5	61,5	62,5	63,5	64,5	65,5	66,5	67,5	68,5	69,5	70,5	71,5	72,5	73,5	74,5
15	50,2	51,2	52,2	53,2	54,2	55,2	56,2	57,2	58,2	59,2	60,2	61,2	62,2	63,2	64,2	65,2	66,2	67,2	68,2	69,2	70,2	71,2	72,2	73,2	74,2
16	49,8	50,8	51,8	52,8	53,8	54,9	55,9	56,9	57,9	58,9	59,9	60,9	61,9	62,9	63,9	64,9	65,9	66,9	67,9	68,9	69,9	70,9	71,9	72,9	73,9
17	49,5	50,5	51,5	52,5	53,5	54,5	55,5	56,5	57,5	58,5	59,5	60,5	61,5	62,5	63,5	64,5	65,6	66,6	67,6	68,6	69,6	70,6	71,6	72,6	73,6
18	49,1	50,1	51,1	52,1	53,1	54,2	55,2	56,2	57,2	58,2	59,2	60,2	61,2	62,2	63,2	64,2	65,2	66,2	67,2	68,2	69,2	70,3	71,3	72,3	73,3
19	48,8	49,8	50,7	51,7	52,7	53,8	54,8	55,8	56,8	57,8	58,8	59,8	60,8	61,8	62,8	63,8	64,9	65,9	66,9	67,9	68,9	70,0	71,0	72,0	73,0
20	48,4	49,4	50,4	51,4	52,4	53,5	54,5	55,5	56,5	57,5	58,5	59,5	60,5	61,5	62,5	63,5	64,6	65,6	66,6	67,6	68,6	69,7	70,7	71,7	72,7
21	48,0	49,0	50,0	51,0	52,0	53,1	54,1	55,1	56,1	57,1	58,1	59,1	60,1	61,1	62,2	63,2	64,3	65,3	66,3	67,3	68,3	69,4	70,4	71,4	72,4
22	47,6	48,6	49,6	50,7	51,7	52,7	53,8	54,8	55,8	56,8	57,8	58,8	59,8	60,8	61,8	62,8	63,9	64,9	65,9	66,9	68,0	69,0	70,0	71,0	72,0
23	47,3	48,3	49,3	50,3	51,3	52,4	53,4	54,4	55,4	56,4	57,4	58,4	59,4	60,4	61,5	62,5	63,6	64,6	65,6	66,6	67,6	68,7	69,7	70,7	71,7
24	46,9	47,9	48,9	50,0	51,0	52,0	53,1	54,1	55,1	56,1	57,1	58,1	59,1	60,1	61,1	62,1	63,2	64,2	65,2	66,2	67,3	68,3	69,3	70,3	71,3
25	46,5	47,5	48,5	49,6	50,6	51,6	52,7	53,7	54,7	55,7	56,7	57,7	58,7	59,7	60,8	61,8	62,9	63,9	64,9	66,0	67,0	68,0	69,0	70,0	71,0
26	46,1	47,1	48,1	49,2	50,2	51,2	52,3	53,3	54,3	55,3	56,3	57,3	58,3	59,3	60,4	61,4	62,5	63,5	64,5	65,6	66,6	67,6	68,6	69,7	70,7
27	45,7	46,7	47,7	48,8	49,8	50,8	51,9	52,9	53,9	54,9	56,0	57,0	58,0	59,0	60,0	61,0	62,1	63,1	64,2	65,2	66,3	67,3	68,3	69,3	70,3
28	45,3	46,3	47,4	48,4	49,4	50,5	51,5	52,6	53,6	54,6	55,6	56,6	57,6	58,6	59,7	60,7	61,8	62,8	63,8	64,9	65,9	66,9	67,9	69,0	70,0
29	44,9	45,9	47,0	48,0	49,0	50,1	51,1	52,2	53,2	54,2	55,3	56,3	57,3	58,3	59,3	60,3	61,4	62,4	63,5	64,5	65,6	66,6	67,6	68,6	69,6
30	44,5	45,5	46,6	47,6	48,6	49,7	50,7	51,8	52,8	53,8	54,9	55,9	56,9	57,9	58,9	59,9	61,0	62,0	63,1	64,1	65,2	66,2	67,2	68,3	69,3

Sigue TABLA XXVI. **Corrección del grado alcohométrico Tralles para referirlo a 15°,56 C.**

Temperatura C	GRADO APARENTE SEÑALADO POR EL ALCOHOMETRO																								
	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86	87	88	89	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99
	Grado real a la temperatura normal																								
0°	79,7	80,6	81,6	82,5	83,5	84,4	85,3	86,3	87,2	88,2	89,1	90,1	91,0	91,9	92,8	93,7	94,6	95,5	96,4	97,2	98,1	99,0	99,8		
1	79,4	80,3	81,3	82,2	83,2	84,1	85,1	86,0	87,0	87,9	88,9	89,8	90,8	91,7	92,6	93,5	94,4	95,3	96,2	97,0	97,9	98,8	99,6		
2	79,1	80,0	81,0	82,0	82,9	83,9	84,9	85,8	86,7	87,7	88,6	89,6	90,5	91,4	92,3	93,3	94,2	95,1	96,0	96,8	97,7	98,6	99,5		
3	78,9	79,8	80,8	81,7	82,7	83,6	84,6	85,5	86,5	87,4	88,4	89,3	90,3	91,2	92,1	93,0	93,9	94,8	95,8	96,7	97,6	98,5	99,3		
4	78,6	79,5	80,5	81,5	82,4	83,4	84,4	85,3	86,2	87,2	88,1	89,1	90,0	90,9	91,8	92,8	93,7	94,6	95,6	96,5	97,4	98,3	99,2		
5	78,3	79,2	80,2	81,2	82,1	83,1	84,1	85,0	86,0	86,9	87,9	88,8	89,8	90,7	91,6	92,6	93,5	94,4	95,4	96,3	97,2	98,1	99,0	99,9	
6	78,0	78,9	79,9	80,9	81,8	82,8	83,8	84,7	85,7	86,6	87,6	88,5	89,5	90,4	91,4	92,4	93,3	94,2	95,2	96,1	97,0	97,9	98,8	99,7	
7	77,7	78,6	79,6	80,6	81,5	82,5	83,5	84,4	85,4	86,3	87,3	88,3	89,2	90,2	91,1	92,1	93,0	94,0	95,0	95,9	96,8	97,7	98,6	99,5	
8	77,3	78,2	79,2	80,2	81,2	82,2	83,1	84,1	85,1	86,1	87,1	88,0	89,0	89,9	90,9	91,9	92,8	93,7	94,7	95,7	96,6	97,5	98,5	99,4	
9	77,0	77,9	78,9	79,9	80,9	81,9	82,8	83,8	84,8	85,8	86,8	87,8	88,7	89,7	90,6	91,6	92,5	93,5	94,5	95,5	96,4	97,3	98,3	99,2	
10	76,7	77,6	78,6	79,6	80,6	81,6	82,5	83,5	84,5	85,5	86,5	87,5	88,4	89,4	90,4	91,4	92,3	93,3	94,3	95,3	96,2	97,1	98,1	99,0	99,9
11	76,4	77,3	78,3	79,3	80,3	81,3	82,2	83,2	84,2	85,2	86,2	87,2	88,1	89,1	90,1	91,1	92,1	93,1	94,1	95,1	96,0	96,9	97,9	98,8	99,7
12	76,1	77,0	78,0	79,0	80,0	81,0	82,0	83,0	83,9	84,9	85,9	86,9	87,9	88,9	89,9	90,0	91,8	92,8	93,8	94,8	95,8	96,7	97,7	98,6	99,6
13	75,8	76,8	77,8	78,8	79,8	80,8	81,7	82,7	83,7	84,7	85,7	86,7	87,6	88,6	89,6	90,6	91,6	92,6	93,6	94,6	95,5	96,5	97,5	98,5	99,4
14	75,5	76,5	77,5	78,5	79,5	80,5	81,5	82,5	83,4	84,4	85,4	86,4	87,4	88,4	89,4	90,4	91,3	92,3	93,3	94,3	95,3	96,3	97,3	98,3	99,3
15	75,2	76,2	77,2	78,2	79,2	80,2	81,2	82,2	83,1	84,1	85,1	86,1	87,1	88,1	89,1	90,1	91,1	92,1	93,1	94,1	95,1	96,1	97,1	98,1	99,1
16	74,9	75,9	76,9	77,9	78,9	79,9	80,9	81,9	82,8	83,8	84,8	85,8	86,8	87,8	88,8	89,9	90,9	91,9	92,9	93,9	94,9	95,9	96,9	97,9	98,9
17	74,6	75,6	76,6	77,6	78,6	79,6	80,6	81,6	82,5	83,5	84,6	85,6	86,6	87,6	88,6	89,6	90,6	91,6	92,6	93,6	94,6	95,6	96,7	97,7	98,7
18	74,3	75,3	76,3	77,3	78,3	79,3	80,3	81,3	82,3	83,3	84,3	85,3	86,3	87,3	88,3	89,4	90,4	91,4	92,4	93,4	94,4	95,4	96,4	97,5	98,6
19	74,0	75,0	76,0	77,0	78,0	79,0	80,0	81,0	82,0	83,0	84,1	85,1	86,1	87,1	88,1	89,1	90,1	91,1	92,1	93,1	94,1	95,1	96,2	97,3	98,4
20	73,7	74,7	75,7	76,7	77,7	78,7	79,7	80,7	81,7	82,7	83,8	84,8	85,8	86,8	87,9	88,9	89,9	90,9	91,9	92,9	93,9	94,9	96,0	97,1	98,2
21	73,4	74,4	75,4	76,4	77,4	78,4	79,4	80,4	81,4	82,4	83,5	84,5	85,5	86,5	87,6	88,6	89,6	90,7	91,7	92,7	93,7	94,7	95,8	96,9	98,0
22	73,1	74,1	75,1	76,1	77,1	78,1	79,1	80,1	81,1	82,1	83,2	84,2	85,2	86,2	87 3	88,4	89,4	90,4	91,4	92,5	93,5	94,5	95,6	96,7	97,8
23	72,7	73,7	74,7	75,7	76,7	77,8	78,8	79,8	80,9	81,9	82,9	84,0	85,0	86,0	87,1	88,1	89,1	90,2	91,2	92,2	93,2	94,3	95,3	96,4	97,6
24	72,4	73,4	74,4	75,4	76,4	77,5	78,5	79,5	80,6	81,6	82,6	83,7	84,7	85,7	86,8	87,9	88,9	89,9	90,9	92,0	93,0	94,1	95,1	96,2	97,4
25	72,1	73,1	74,1	75,1	76,1	77,2	78,2	79,2	80,3	81,3	82,3	83,4	84,4	85,4	86,5	87,6	88,6	89,7	90,7	91,8	92.8	93,9	94,9	96,0	97,2
26	71,7	72,8	73,8	74,8	75,8	76,9	77,9	78,9	80,0	81,0	82,0	83,1	84,1	85,1	86,2	87,3	88,3	89,4	90,4	91,5	92,5	93,7	94,7	95,8	97,0
27	71,4	72,4	73,4	74,4	75,5	76,5	77,6	78,6	79,7	80,7	81,7	82,8	83,8	84,8	85,9	87,0	88,0	89,1	90,1	91,2	92,3	93,4	94,5	95,6	96,8
28	71,0	72,1	73,1	74,1	75,1	76,2	77,2	78,2	79,3	80,3	81,4	82,4	83,5	84,5	85,6	86,7	87,8	88,9	89,9	90,9	92,0	93,2	94,2	95,3	96,5
29	70,7	71,7	72,7	73,7	74,8	75,8	76,9	77,9	79,0	80,0	81.1	82,1	83,2	84,2	85,3	86,4	87,5	88,6	89,6	90,6	91,8	92,9	94,0	95,1	96,3
30	70,3	71,4	72,4	73,4	74,5	75,5	76,6	77,6	78,7	79,7	80,8	81,8	82,9	83,9	85,0	86,1	87,2	88,3	89,3	90,4	91,5	92,7	93,8	94,9	96,1

mantenido a la temperatura requerida, acompañándolo con la mano y agitándolo para hacer desprender las burbujitas de aire que quedan adheridas al instrumento. Abandónase entonces y cuando se detiene en la posición de equilibrio, se observa el punto de enrase, que deberá ser tomado mirando tangencialmente al nivel del líquido y haciendo caso omiso del menisco cóncavo que el líquido forma al contacto del instrumento (V. en la fig. 59 la línea de puntos).

Cuando la determinación alcohométrica no haya podido hacerse a la temperatura normal, a la que el alcohómetro está graduado, no dará directamente más que el *Grado aparente* del alcohol en examen a la temperatura de la observación. Para deducir de éste el *Grado real*, es decir para referir los resultados a la temperatura a que corresponde la graduación del instrumento, se hace uso de tablas especiales de corrección, como la XXV que sirve para el alcohómetro de Gay-Lussac, y la XXVI que sirve para el de Tralles.

3. Determinación del extracto y de las cenizas

Ordinariamente los espíritus no contienen cantidades sensibles de materias fijas, y de aquí que las determinaciones del extracto y de las cenizas casi nunca sean necesarias; en cambio deben efectuarse de ordinario para los licores. En todo caso esas determinaciones se practican con los métodos indicados para el análisis del vino (Cap. Vino).

4. Investigación y determinación de las impurezas

Las principales impurezas que pueden hallarse naturalmente en un alcohol son los ácidos, los éteres, los aldehidos, el furfurol y los alcoholes superiores. Descúbrense, por los métodos expuestos a continuación, en el líquido destilado y preparado como se indica en el número 1.

En el caso de licores es además necesario, antes de proceder a la rebusca de las impurezas volátiles del alcohol, eliminar los aceites esenciales que el líquido puede contener, pero debe advertirse que en tal caso la operación no conduce a resultados enteramente seguros.

Las impurezas se expresan en miligramos por 100 cm^3 de alcohol anhidro contenido en el espíritu dado. La suma de las diversas impurezas, calculada con respecto a 100 cm^3 del espíritu considerado anhidro, representa el llamado *Coeficiente de impureza*.

1. **Preparación del líquido que se ha de examinar.**—Los métodos que se usan y que se exponen a continuación para la rebusca y determinación de las impurezas, requieren para algunas de ellas, como los aldehidos, furfurol y alcoholes superiores, que el alcohol que haya de

ser ensayado sea llevado a un grado determinado, y precisamente a la graduación de 50°. Para proceder a esta operación se pueden distinguir dos casos:

A) *El espíritu en examen tiene una graduación inferior a 50°.*

En tal caso es necesario adicionar una cantidad conveniente de alcohol de graduación mayor. A este fin se emplea alcohol a la graduación de 90°, el cual a su vez se obtiene de un alcohol de graduación mayor mediante adición de agua valiéndose de la siguiente tabla:

TABLA XXVII.

Tabla para la dilución de 100 cm³ de un alcohol de 100° a 90°,1 para darle la graduación de 90°

Graduación I	cm³ de agua II	Graduación I	cm³ de agua II	Graduación I	cm³ de agua II	Graduación I	cm³ de agua II
100	13,2	97,5	9,7	95	6,4	92,5	3,1
99,9	13,1	97,4	9,5	94,9	6,3	92,4	3
99,8	12,9	97,3	9,4	94,8	6,1	92,3	2,9
99,7	12,8	97,2	9,2	94,7	6	92,2	2,7
99,6	12,6	97,1	9,1	94,6	5,9	92,1	2,6
99,5	12,5	97	9	94,5	5,7	92	2,5
99,4	12,3	96,9	8,9	94,4	5,6	91,9	2,4
99,3	12,2	96,8	8,7	94,3	5,5	91,8	2,2
99,2	12	96,7	8,6	94,2	5,3	91,7	2,1
99,1	11,9	96,6	8,5	94,1	5,2	91,6	2
99	11,8	96,5	8,3	94	5,1	91,5	1,8
98,9	11,7	96,4	8,2	93,9	5	91,4	1,7
98,8	11,5	96,3	8,1	93,8	4,8	91,3	1,6
98,7	11,4	96,2	7,9	93,7	4,7	91,2	1,4
98,6	11,3	96,1	7,8	93,6	4,6	91,1	1,3
98,5	11,1	96	7,7	93,5	4,4	91	1,2
98,4	10,9	95,9	7,6	93,4	4,3	90,9	1,1
98,3	10,8	95,8	7,4	93,3	4,2	90,8	0,9
98,2	10,6	95,7	7,3	93,2	4	90,7	0,8
98,1	10,5	95,6	7,2	93,1	3,9	90,6	0,7
98	10,4	95,5	7	93	3,8	90,5	0,5
97,9	10,3	95,4	6,9	92,9	3,7	90,4	0,4
97,8	10,1	95,3	6,8	92,8	3,5	90,3	0,3
97,7	10	95,2	6,6	92,7	3,4	90,2	0,2
97,6	9,8	95,1	6,5	92,6	3,3	90,1	0,1

EJEMPLO: Supóngase un alcohol de 96°,3: se busca este número en la columna I y se lee en la misma línea horizontal de la columna de la

derecha (II) el número 8,1 que indica los centímetros cúbicos de agua que es preciso agregar a 100 cm³ de alcohol para rebajar su graduación a 90°.

Obtenido este alcohol de 90°, para conocer la proporción en que conviene agregarlo al espíritu en examen para elevar la graduación a 50°, se utiliza la tabla XXVIII, cuya columna II da los centímetros cúbicos de alcohol de 90° que se deben agregar a 100 cm³ de un espíritu cuya graduación esté comprendida entre 30 y 49,9 (columna I) para elevarla a 50°.

En la columna III de la misma tabla figuran los volúmenes que se obtienen a consecuencia de la contracción de los dos líquidos adicionados (1).

EJEMPLO: Un espíritu destilado tiene una graduación de 47,2; búscase este número en la columna I de la tabla XXVIII y se lee en la misma línea horizontal de la columna II el número 6,8 que indica los centímetros cúbicos de alcohol de 90° que se deben agregar a 100 cm³ del espíritu para darle la graduación de 50°; el volumen del líquido total obtenido será de 106,6 como está indicado en la columna III (2).

B) *El espíritu en examen tiene una graduación superior a 50°.*—En este caso es necesario, para tenerla a 50°, agregar una cantidad determinada de agua; para conocer esta cantidad sirve la tabla XXIX, cuya II columna indica los centímetros cúbicos de agua destilada que se deben agregar a 100 cm³ de un espíritu (columna I) de graduación alcohólica comprendida entre 50,1 y 100 (3). En la misma tabla están indicados en la columna III los volúmenes que se obtienen a consecuencia de la contracción de los dos líquidos que se adicionan (4).

---

(1) Estas cantidades se han deducido por resolución de la fórmula general:

$$x = 100\,\frac{aP - Ap}{Ap' - a'P}$$

que sirve para calcular qué cantidad x de un alcohol puro de grado a' y de peso específico p' (a 15°) se debe agregar a 100 cm³ de un alcohol de graduación a y de peso específico p para darle una graduación A correspondiente al peso específico P.

(2) Este volumen se ha calculado resolviendo la fórmula general:

$$V = \frac{100\,a + xa'}{A}$$

en la que a, a' y A tienen el mismo significado que en la fórmula de la nota precedente.

(3) Estas cantidades se han obtenido por resolución de la fórmula general:

$$x = 100\,\frac{aP - Ap}{A}$$

que sirve para calcular la cantidad de agua x que debe agregarse a 100 cm³ de un alcohol de graduación a y peso específico p para darle una graduación inferior A correspondiente al peso específico P.

(4) Este volumen se ha calculado resolviendo la fórmula general:

$$V = \frac{100\,a}{A}$$

en la que a y A tienen el mismo significado que en la fórmula de la nota precedente.

TABLA XXVIII.

Cm³ de alcohol de 90° que hay que agregar a 100 cm³ de un alcohol de 30 a 49,°9 para darle la graduación de 50°

Graduación del alcohol I	Cm³ de alcohol de 90° II	Volumen de la mezcla cm³ III	Graduación del alcohol I	Cm³ de alcohol de 90° II	Volumen de la mezcla cm³ III	Graduación del alcohol I	Cm³ de alcohol de 90° II	Volumen de la mezcla cm³ III	Graduación del alcohol I	Cm³ de alcohol de 90° II	Volumen de la mezcla cm³ III	Graduación del alcohol I	Cm³ de alcohol de 90° II	Volumen de la mezcla cm³ III	Graduación del alcohol I	Cm³ de alcohol de 90° II	Volumen de la mezcla cm³ III	Graduación del alcohol I	Cm³ de alcohol de 90° II	Volumen de la mezcla cm³ III
30	47,7	145,9	33	40,7	139,3	36	33,6	132,5	39	26,5	125,6	42	19,3	118,7	45	12,1	111,8	48	4,9	104,7
1	47,5	145,7	1	40,5	139,1	1	33,4	132,3	1	26,3	125,4	1	19	118,4	1	11,9	111,6	1	4,6	104,4
2	47,3	145,5	2	40,2	138,8	2	33,1	132	2	26,1	125,2	2	18,7	118,2	2	11,7	111,4	2	4,4	104,2
3	47,1	145,3	3	40	138,6	3	32,9	131,8	3	25,8	124,9	3	18,5	118	3	11,4	111,1	3	4,1	103,9
4	46,8	145	4	39,8	138,4	4	32,7	131,6	4	25,6	124,7	4	18,3	117,8	4	11,1	110,8	4	3,9	103,7
5	46,6	144,8	5	39,6	138,1	5	32,4	131,4	5	25,3	124,5	5	18,1	117,6	5	10,9	110,6	5	3,6	103,5
6	46,4	144,6	6	39,3	137,9	6	32,2	131,2	6	25,1	124,3	6	17,9	117,4	6	10,7	110,4	6	3,3	103,2
7	46,2	144,4	7	39,1	137,7	7	32	131	7	24,8	124	7	17,7	117,2	7	10,4	110,1	7	3,1	103
8	45,9	144,2	8	38,9	137,5	8	31,7	130,7	8	24,6	123,8	8	17,4	116,9	8	10,1	109,8	8	2,8	102,7
9	45,6	143,9	9	38,7	137,3	9	31,5	130,5	9	24,3	123,5	9	17,2	116,7	9	9,9	109,6	9	2,6	102,5
31	45,4	143,7	34	38,4	137	37	31,3	130,3	40	24,1	123,3	43	16,9	116,4	46	9,7	109,4	49	2,4	102,3
1	45,2	143,5	1	38,1	136,8	1	31	130	1	23,9	123,1	1	16,7	116,2	1	9,4	109,1	1	2,1	102
2	45	143,3	2	37,9	136,6	2	30,7	129,8	2	23,7	122,9	2	16,5	116	2	9,1	108,8	2	1,9	101,8
3	44,7	143	3	37,7	136,4	3	30,5	129,6	3	23,5	122,7	3	16,2	115,7	3	8,9	108,6	3	1,7	101,6
4	44,5	142,8	4	37,5	136,2	4	30,3	129,4	4	23,3	122,5	4	15,9	115,5	4	8,7	108,4	4	1,5	101,4
5	44,3	142,6	5	37,2	135,9	5	30	129,1	5	23	122,3	5	15,7	115,2	5	8,5	108,2	5	1,2	101,2
6	44	142,3	6	37	135,7	6	29,8	128,9	6	22,8	122,1	6	15,5	115	6	8,2	107,9	6	0,9	100,9
7	43,8	142,1	7	36,7	135,5	7	29,5	128,6	7	22,5	121,8	7	15,2	114,7	7	7,9	107,7	7	0,7	100,7
8	43,6	141,9	8	36,5	135,3	8	29,3	128,4	8	22,2	121,5	8	14,9	114,5	8	7,7	107,5	8	0,4	100,4
9	43,4	141,7	9	36,3	135,1	9	29,1	128,2	9	22	121,3	9	14,7	114,3	9	7,5	107,3	9	0,2	100,2
32	43,1	141,5	35	36,	134,8	38	28,9	128	41	21,8	121,1	44	14,5	114,1	47	7,3	107,1			
1	42,9	141,2	1	35,7	134,5	1	28,7	127,8	1	21,5	120,8	1	14,2	113,8	1	7,1	106,9			
2	42,7	141	2	35,5	134,3	2	28,5	127,6	2	21,3	120,6	2	13,9	113,5	2	6,8	106,6			
3	42,5	140,8	3	35,3	134,1	3	28,3	127,4	3	21	120,3	3	13,7	113,3	3	6,6	106,4			
4	42,2	140,6	4	35	133,8	4	28	127,1	4	20,7	120,1	4	13,5	113,1	4	6,4	106,2			
5	42	140,4	5	34,8	133,6	5	27,8	126,9	5	20,5	119,9	5	13,3	112,9	5	6,1	105,9			
6	41,7	140,2	6	34,6	133,4	6	27,5	126,6	6	20,3	119,7	6	13,1	112,7	6	5,9	105,7			
7	41,5	140	7	34,3	133,2	7	27,2	126,3	7	20	119,4	7	12,8	112,4	7	5,7	105,5			
8	41,2	139,8	8	34	132,9	8	27	126,1	8	19,8	119,2	8	12,6	112,2	8	5,4	105,2			
9	40,9	139,5	9	33,8	132,7	9	26,8	125,9	9	19,5	118,9	9	12,4	112	9	5,1	104,9			

TABLA XXIX.

Cm³ de agua que hay que agregar a 100 cm³ de un alcohol de la graduación de 50°,1 a 100° para darles la graduación de 50°

Graduación del alcohol I	Cm³ de agua II	Volumen de la mezcla III	Graduación del alcohol I	Cm³ de agua II	Volumen de la mezcla III	Graduación del alcohol I	Cm³ de agua II	Volumen de la mezcla III	Graduación del alcohol I	Cm³ de agua II	Volumen de la mezcla III	Graduación del alcohol I	Cm³ de agua II	Volumen de la mezcla III
50,1	0,21	100,19	55,1	10,37	110,1	60,1	20,97	120,1	65,1	31,44	130,1	70,1	41,99	140,1
50,2	0,41	100,38	55,2	10,78	110,3	60,2	21,18	120,3	65,2	31,63	130,3	70,2	42,20	140,3
50,3	0,62	100,57	55,3	10,98	110,5	60,3	21,39	120,5	65,3	31,86	130,5	70,3	42,41	140,5
50,4	0,82	100,76	55,4	11,19	110,7	60,4	21,60	120,7	65,4	32,07	130,7	70,4	42,62	140,7
50,5	1,03	100,95	55,5	11,40	110,9	60,5	21,80	120,9	65,5	32,28	130,9	70,5	42,83	140,9
50,6	1,24	101,14	55,6	11,61	111,1	60,6	22,01	121,1	65,6	32,49	131,1	70,6	43,05	141,1
50,7	1,44	101,33	55,7	11,81	111,3	60,7	22,22	121,3	65,7	32,70	131,3	70,7	43,26	141,3
50,8	1,65	101,52	55,8	12,02	111,5	60,8	22,43	121,5	65,8	32,91	131,5	70,8	43,47	141,5
50,9	1,85	101,71	55,9	12,23	111,7	60,9	22,64	121,7	65,9	33,12	131,7	70,9	43,68	141,7
51	2,06	101,9	56	12,44	111,9	61	22,85	121,9	66	33,33	131,9	71	43,89	141,9
51,1	2,27	102,1	56,1	12,65	112,1	61,1	23,06	122,1	66,1	33,54	132,1	71,1	44,10	142,1
51,2	2,47	102,3	56,2	12,85	112,3	61,2	23,27	122,3	66,2	33,75	132,3	71,2	44,31	142,3
51,3	2,68	102,5	56,3	13,06	112,5	61,3	23,48	122,5	66,3	33,96	132,5	71,3	44,52	142,5
51,4	2,89	102,7	56,4	13,27	112,7	61,4	23,69	122,7	66,4	34,17	132,7	71,4	44,73	142,7
51,5	3,09	102,9	56,5	13,48	112,9	61,5	23,90	122,9	66,5	34,38	132,9	71,5	44,94	142,9
51,6	3,30	103,1	56,6	13,69	113,1	61,6	24,11	123,1	66,6	34,60	133,1	71,6	45,16	143,1
51,7	3,51	103,3	56,7	13,90	113,3	61,7	24,32	123,3	66,7	34,81	133,3	71,7	45,37	143,3
51,8	3,72	103,5	56,8	14,10	113,5	61,8	24,53	123,5	66,8	35,02	133,5	71,8	45,58	143,5
51,9	3,92	103,7	56,9	14,31	113,7	61,9	24,74	123,7	66,9	35,23	133,7	71,9	45,79	143,7
52	4,13	103,9	57	14,52	113,9	62	24,95	123,9	67	35,44	133,9	72	46	143,9
52,1	4,34	104,1	57,1	14,73	114,1	62,1	25,16	124,1	67,1	35,65	134,1	72,1	46.21	144,1
52,2	4,54	104,3	57,2	14,94	114,3	62,2	25,37	124,3	67,2	35,86	134,3	72,2	46,43	144,3
52,3	4,75	104,5	57,3	15,14	114,5	62,3	25,58	124,5	67,3	36,07	134,5	72,3	46,64	144,5
52,4	4,96	104,7	57,4	15,35	114,7	62,4	25,79	124,7	67,4	36,28	134,7	72,4	46,85	144,7
52,5	5,16	104.9	57,5	15,56	114,9	62,5	25,99	124,9	67,5	36,49	134,9	72,5	47,06	144,9
52,6	5,37	105,1	57,6	15,77	115,1	62,6	26,20	125,1	67,6	36,71	135,1	72,6	47,28	145,1
52,7	5,58	105,3	57,7	15,98	115,3	62,7	26,41	125,3	67,7	36,92	135,3	72,7	47,49	145,3
52,8	5,79	105,5	57,8	16,18	115,5	62,8	26,62	125,5	67,8	37,13	135,5	72,8	47,70	145,5
52,9	5,99	105,7	57,9	16,39	115,7	62,9	26,83	125,7	67,9	37,34	135,7	72,9	47,92	145,7
53	6,20	105,9	58	16,60	115,9	63	27,04	125,9	68	37,55	135,9	73	48,13	145,9
53,1	6,41	106,1	58,1	16,81	116,1	63,1	27,25	126,1	68,1	37,76	136,1	73,1	48,34	146,1
53,2	6,62	106,3	58,2	17,02	116,3	63,2	27,46	126,3	68,2	37,97	136,3	73,2	48,55	146,3
53,3	6,82	106,5	58,3	17,22	116,5	63,3	27,67	126,5	68,3	38,18	136,5	73,3	48,77	146,5
53,4	7,03	106,7	58,4	17,43	116,7	63,4	27,88	126,7	68,4	38,39	136,7	73,4	48,98	146,7
53,5	7,24	106,9	58,5	17,64	116,9	63,5	28,09	126,9	68,5	38,60	136,9	73,5	49,19	146,9
53,6	7,45	107,1	58,6	17,85	117,1	63,6	28,30	127,1	68,6	38,82	137,1	73,6	49,40	147,1
53,7	7,66	107,3	58,7	18,06	117,3	63,7	28,51	127,3	68,7	39,03	137,3	73,7	49,61	147,3
53,8	7,86	107,5	58,8	18,26	117,5	63,8	28,72	127,5	68,8	39,24	137,5	73,8	49,83	147,5
53,9	8,07	107,7	58,9	18,47	117,7	63,9	28,93	127,7	68,9	39,45	137,7	73,9	50,04	147,7
54	8,28	107.9	59	18,68	117,9	64	29,14	127,9	69	39,66	137,9	74	50,25	147,9
54,1	8,49	108,1	59,1	18,89	118,1	64,1	29,35	128,1	69,1	39,87	138,1	74,1	50,46	148,1
54,2	8,70	108,3	59,2	19,10	118,3	64,2	29,56	128,3	69,2	40,08	138,3	74,2	50,68	148,3
54,3	8,90	108,5	59,3	19,30	118,5	64,3	29,77	128,5	69,3	40,30	138,5	74,3	50,89	148,5
54,4	9,11	108,7	59,4	19,51	118,7	64,4	29,98	128,7	69,4	40,51	138,7	74,4	51,10	148,7
54,5	9,32	108,9	59,5	19,72	118,9	64,5	30,18	128,9	69,5	40,72	138,9	74,5	51,31	148,9
54,6	9,53	109,1	59,6	19,93	119,1	64,6	30,39	129,1	69,6	40,93	139,1	74,6	51.53	149,1
54,7	9,74	109,3	59,7	20,14	119,3	64,7	30,60	129,3	69,7	41,14	139,3	74,7	51,74	149,3
54,8	9,94	109,5	59,8	20,34	119,5	64,8	30,81	129,5	69,8	41,36	139,5	74,8	51,95	149,5
54,9	10,13	109,7	59,9	20,55	119,7	64,9	31,02	129,7	69,9	41,57	139,7	74,9	52,17	149,7
55	10,37	109,9	60	20 76	119,9	65	31,23	129,9	70	41,78	139,9	75	52,38	149,9

Sigue TABLA XXIX.

Cm³ de agua que hay que agregar a 100 cm³ de un alcohol de la graduación de 50°,1 a 100° para darles la graduación de 50°

Graduación del alcohol I	Cm³ de agua II	Volumen de la mezcla III	Graduación del alcohol I	Cm³ de agua II	Volumen de la mezcla III	Graduación del alcohol I	Cm³ de agua II	Volumen de la mezcla III	Graduación del alcohol I	Cm³ de agua II	Volumen de la mezcla III	Graduación del alcohol I	Cm³ de agua II	Volumen de la mezcla III
75,1	52,59	150,1	80,1	63,28	160,1	85,1	74,07	170,1	90,1	84,98	180,1	95,1	96,10	190,1
75,2	52,81	150,3	80,2	63,50	160,3	85,2	74,28	170,3	90,2	85,20	180,3	95,2	96,32	190,3
75,3	53,02	150,5	80,3	63,71	160,5	85,3	74,50	170,5	90,3	85,42	180,5	95,3	96,55	190,5
75,4	53,23	150,7	80,4	63,93	160,7	85,4	74,72	170,7	90,4	85,64	180,7	95,4	96,78	190,7
75,5	53,44	150,9	80,5	64,14	160,9	85,5	74,93	170,9	90,5	85,86	180,9	95,5	97	190,9
75,6	53,66	151,1	80,6	64,36	161,1	85,6	75,15	171,1	90,6	86,08	181,1	95,6	97,23	191,1
75,7	53,87	151,3	80,7	64,57	161,3	85,7	75,37	171,3	90,7	86,30	181,3	95,7	97,46	191,3
75,8	54,08	151,5	80,8	64,79	161,5	85,8	75,57	171,5	90,8	86,52	181,5	95,8	97,69	191,5
75,9	54,30	151,7	80,9	65	161,7	85,9	75,80	171,7	90,9	86,74	181,7	95,9	97,91	191,7
76	54,51	151,9	81	65,22	161,9	86	76,02	171,9	91	86,96	181,9	96	98,14	191,9
76,1	54,72	152,1	81,1	65,43	162,1	86,1	76,24	172,1	91,1	87,18	182,1	96,1	98,37	192,1
76,2	54,94	152,3	81,2	65,65	162,3	86,2	76,45	172,3	91,2	87,40	182,3	96,2	98,60	192,3
76,3	55,15	152,5	81,3	65,86	162,5	86,3	76,67	172,5	91,3	87,63	182,5	96,3	98,83	192,5
76,4	55,37	152,7	81,4	66,08	162,7	86,4	76,89	172,7	91,4	87,85	182,7	96,4	99,06	192,7
76,5	55,58	152,9	81,5	66,29	162,9	86,5	77,10	172,9	91,5	88,07	182,9	96,5	99,28	192,9
76,6	55,79	153,1	81,6	66,51	163,1	86,6	77,32	173,1	91,6	88,29	183,1	96,6	99,51	193,1
76,7	56,01	153,3	81,7	66,72	163,3	86,7	77,54	173,3	91,7	88,51	183,3	96,7	99,74	193,3
76,8	56,22	153,5	81,8	66,94	163,5	86,8	77,76	173,5	91,8	88,74	183,5	96,8	99,97	193,5
76,9	56,44	153,7	81,9	67,15	163,7	86,9	77,97	173,7	91,9	88,96	183,7	96,9	100,20	193,7
77	56,65	153,9	82	67,37	163,9	87	78,19	173,9	92	89,18	183,9	97	100,43	193,9
77,1	56,86	154,1	82,1	67,59	164,1	87,1	78,41	174,1	92,1	89,40	184,1	97,1	100,66	194,1
77,2	57,08	154,3	82,2	67,80	164,3	87,2	78,63	174,3	92,2	89,62	184,3	97,2	100,89	194,3
77,3	57,29	154,5	82,3	68,01	164,5	87,3	78,84	174,5	92,3	89,85	184,5	97,3	101,12	194,5
77,4	57,51	154,7	82,4	68,23	164,7	87,4	79,06	174,7	92,4	90,07	184,7	97,4	101,35	194,7
77,5	57,72	154,9	82,5	68,45	164,9	87,5	79,28	174,9	92,5	90,29	184,9	97,5	101,58	194,9
77,6	57,94	155,1	82,6	68,67	165,1	87,6	79,50	175,1	92,6	90,51	185,1	97,6	101,81	195,1
77,7	58,15	155,3	82,7	68,88	165,3	87,7	79,72	175,3	92,7	90,73	185,3	97,7	102,04	195,3
77,8	58,36	155,5	82,8	69,10	165,5	87,8	79,93	175,5	92,8	90,96	185,5	97,8	102,27	195,5
77,9	58,57	155,7	82,9	69,31	165,7	87,9	80.15	175,7	92,9	91,18	185,7	97,9	102,50	195,7
78	58,79	155,9	83	69,53	165,9	88	80,37	175,9	93	91,40	185,9	98	102,73	195,9
78,1	59	156,1	83,1	69,75	166,1	88,1	80,59	176,1	93,1	91,62	186,1	98,1	102,96	196,1
78,2	59,22	156,3	83,2	69,96	166,3	88,2	80,81	176,3	93,2	91,84	186,3	98,2	103,20	196,3
78,3	59,43	156,5	83,3	70,18	166,5	88,3	81,03	176,5	93,3	92,07	186,5	98,3	103,43	196,5
78,4	59,65	156,7	83,4	70,39	166,7	88,4	81,25	176,7	93,4	92,29	186,7	98,4	103,66	196,7
78,5	59,86	156,9	83,5	70,61	166,9	88,5	81,46	176,9	93,5	92,51	186,9	98,5	103,89	196,9
78,6	60,07	157,1	83,6	70,83	167,1	88,6	81,68	177,1	93,6	92,73	187,1	98,6	104,13	197,1
78,7	60,29	157,3	83,7	71,04	167,3	88,7	81,90	177,3	93,7	92,95	187,3	98,7	104,36	197,3
78,8	60,50	157,5	83,8	71,26	167,5	88,8	82,12	177,5	93,8	93,18	187,5	98,8	104,59	197,5
78,9	60,72	157,7	83,9	71,47	167,7	88,9	82,34	177,7	93,9	93,40	187,7	98,9	104,83	197,7
79	60,93	157,9	84	71,69	167,9	89	82,56	177,9	94	93,62	187,9	99	105,06	197,9
79,1	61,14	158.1	84,1	71,91	168,1	89,1	82.78	178,1	94,1	93,84	188,1	99,1	105,30	198,1
79,2	61,36	158,3	84,2	72,12	168,3	89,2	83	178,3	94,2	94,07	188,3	99,2	105,54	198,3
79,3	61,57	158,5	84,3	72,34	168,5	89,3	83,22	178,5	94,3	94,29	188,5	99,3	105,77	198,5
79,4	61,79	158,7	84,4	72,55	168,7	89,4	83,44	178,7	94,4	94,52	188,7	99,4	106,01	198,7
79,5	62	158,9	84,5	72,77	168,9	89,5	83,66	178,9	94,5	94,74	188,9	99,5	106,25	198,9
79,6	62,21	159,1	84,6	72,99	169,1	89,6	83,88	179,1	94,6	94,97	189,1	99,6	106,49	199,1
79,7	62,43	159,3	84,7	73,20	169,3	89,7	84,10	179,3	94,7	95,19	189,3	99,7	106,73	199,3
79,8	62,64	159,5	84,8	73,42	169,5	89,8	84,32	179,5	94,8	95.43	189,5	99,8	106,96	199,5
79,9	62,86	159,7	84,9	73,63	169,7	89,9	84,54	179,7	94,9	95,64	189,7	99,9	107,20	199,7
80	63,07	159,9	85	73,85	169,9	90	84,76	179,9	95	95,87	189,9	100	107,44	199,9

EJEMPLO: Un espíritu tiene una graduación de 75°: se busca este número en la columna I y se lee en la misma línea horizontal de la columna II el número 52,38 que indica los centímetros cúbicos de agua que hay que agregar a 100 cm^3 del espíritu para darle la graduación de 50°. El volumen que se obtendrá a consecuencia de la dilución provocada será de 149,9 cm^3 como expresa la columna III.

2. Determinación de los ácidos.—Los ácidos que se pueden reconocer directamente en un espíritu son principalmente el acético y luego el butírico, fórmico, propiónico, valeriánico, caprónico, enantílico, caprílico, pelargónico, caprínico, palmítico, etc. Generalmente se determinan en conjunto del siguiente modo: 50 cm^3 de líquido se valoran con potasa cáustica decinormal, empleando como indicador la fenolftaleína si el líquido es casi incoloro o ensayando al toque con papel sensible de tornasol violeta (papel de azolitmina) humedecido, si el líquido es demasiado colorado. Se debe advertir que algunos aguardientes llevan disuelto ácido carbónico, que se revela con el agua de cal, y debe eliminarse, hirviendo el espíritu con refrigerante de reflujo, antes de determinar los ácidos.

Los ácidos se calculan generalmente como ácido acético, multiplicando por 6 el número de centímetros cúbicos de KOH $\frac{N}{10}$ usados para la neutralización del volumen de espíritu empleado. Operando como se ha dicho, es decir con 50 cm^3 de espíritu, bastará doblar ese producto para conocer en miligramos de ácido acético el tanto por ciento de los ácidos. Para pasar luego a la cantidad de ácidos contenida en 100 cm^3 del espíritu considerado anhidro, bastará multiplicar por 100 la cantidad contenida en 100 cm^3 del espíritu primitivo, y dividir el producto por su graduación alcohólica.

EJEMPLO: 50 cm^3 de un espíritu de graduación de 92° requirieron para ser neutralizados 5 cm^3 de KOH $\frac{N}{10}$. La acidez en miligramos de ácido acético por 100 cm^3 del espíritu en cuestión vendrá dada por $5 \times 6 \times 2 = 60$ mg, y la relativa al espíritu considerado anhidro por $\frac{60 \times 100}{92} = 65$ mg.

Si existen ácidos fijos, pueden determinarse aparte con una valoración practicada sobre el residuo dejado por 25 cm^3 de líquido evaporados en desecador al vacío. Por diferencia entre la acidez total y la fija se obtienen los ácidos volátiles. Algunos productos, por ejemplo los kirsch, contienen ácido cianhídrico, que se revela fácilmente por el olor y que se reconoce y determina del modo que se indicará para los diversos casos especiales.

El procedimiento antes descrito está también indicado en los *Met. uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.*

En algunos casos pueden hallarse presentes: ácido sulfúrico, ácido

clorhídrico, ácido sulfuroso. La presencia de los dos primeros se puede revelar por los ordinarios métodos de análisis, o bien siguiendo los procedimientos señalados para el vinagre (pág. 313). El ácido sulfuroso se descubre fácilmente y aun se puede determinar cuantitativamente mediante una valoración yodométrica.

3. Determinación de los éteres.—Los éteres que se pueden hallar naturalmente en los espíritus están constituídos por los éteres de los ácidos grasos antes indicados con el alcohol etílico u homólogos, principalmente por el acetato de etilo. Otros éteres en cantidades mayores pueden hallarse en algunos licores y espíritus perfumados artificialmente. La determinación de los éteres se lleva a cabo conjuntamente sobre el espíritu destilado; del siguiente modo:

A los 50 cm³ del líquido alcohólico, neutralizados ya por la determinación de la acidez, se agregan otros 20 cm³ de solución alcalina decinormal y se hierve durante una hora con refrigerante de reflujo. Déjase enfriar, agréganse 20 cm³ de ácido sulfúrico decinormal y se valora el exceso de ácido con la potasa decinormal. El número de centímetros cúbicos de potasa empleados para tal valoración será igual al número de centímetros cúbicos de potasa decinormal empleados para la saponificación de los éteres contenidos en 50 cm³ de líquido.

Los resultados se calculan en miligramos de acetato de etilo multiplicando el número de centímetros cúbicos de KOH $\frac{N}{10}$ necesarios para la saponificación de los 50 cm³ de espíritu por 8,81 (1). Duplicando este producto se tendrá la cantidad de éteres contenidos en 100 cm³ del espíritu. Para conocer la relativa a 100 cm³ del espíritu considerado anhidro, bastará multiplicar por 100 el tanto por ciento de éteres contenido en el espíritu y dividir el producto por la graduación alcohólica.

EJEMPLO: Para la saponificación de 50 cm³ de un espíritu de 45° se han necesitado 12,5 cm³ de KOH $\frac{N}{10}$. La cantidad de éteres contenida en 100 cm³ del mismo espíritu y expresada en miligramos de acetato de etilo vendrá dada por $12{,}5 \times 8{,}81 \times 2 = 110$ mg, y la relativa al alcohol considerado anhidro por $\frac{110 \times 100}{45} = 244$ mg.

Un procedimiento análogo está indicado en los *Met. uff. del Min. di A. I. e C.*

4. Investigación y determinación de los aldehidos.—Los aldehidos que pueden hallarse en los espíritus son principalmente el

(1) Algunos expresan los resultados simplemente por el número de centímetros cúbicos de potasa $\frac{N}{10}$ empleados para la saponificación de los éteres contenidos en 100 cm³ de líquido (*Indice de los éteres*).

aldehido acético y paraldehido, el aldehido fórmico, el acetal y en pequeña cantidad los aldehidos homólogos superiores (butírico, valeriánico) y otros aldehidos (acroleína, furfurol, etc.). Revélanse cualitativamente y determínanse cuantitativamente del siguiente modo.

A) INVESTIGACIÓN CUALITATIVA. — Se realiza con uno de los siguientes ensayos:

1. *Ensayo con la potasa* (Liebig).—Mézclanse volúmenes iguales del alcohol en ensayo y de solución de potasa cáustica al 20 por 100 y se calienta lentamente en tubo de ensayo hasta ebullición. El alcohol puro no toma color, mientras que el alcohol que contiene aldehidos se tiñe desde amarillo a pardo-rojizo, según la cantidad de los mismos.

2. *Ensayo con el reactivo de Schiff.*—Tómanse en un tubo de ensayo 10 cm^3 de alcohol arreglado a 50°, se agregan 4 cm^3 de reactivo de Schiff (V. la preparación en la determinación cuantitativa), se agita y se deja. Según la cantidad de los aldehidos presentes aparece, en seguida o al cabo de algún tiempo, una coloración roja más o menos intensa que se debe observar una vez transcurridos unos 20 minutos. Si entonces no hay coloración, el líquido no contiene aldehidos.

Hay que advertir que siendo la reacción extremadamente sensible, y pudiendo aparecer una débil coloración debida a otras substancias distintas de los aldehidos, la observación de una levísima coloración rosa no se deberá considerar como indicio de la presencia de aldehidos.

3. *Ensayo con la metafenilendiamina* (Windisch).—A 10 cm^3 del alcohol en examen, contenidos en una cápsula de porcelana, se agrega gota a gota 1 cm^3 de solución al 10 por 100 de clorhidrato de metafenilendiamina recién preparada, evitando que los dos líquidos se mezclen. Si existen pequeñas cantidades de aldehidos se forma a los 2-4 minutos, en la zona de contacto de los dos líquidos, una coloración amarilla más o menos intensa y hasta anaranjada, y en seguida aparece una hermosa fluorescencia verde, que se manifiesta especialmente al calentar.

La reacción es muy sensible, aunque no tanto como la precedente, pero no se presta bien a una determinación colorimétrica.

B) DETERMINACIÓN CUANTITATIVA.—Procédese colorimétricamente con el reactivo de Schiff, en confrontación con una solución tipo.

Reactivos: 1. Reactivo de Schiff. A un litro de agua destilada se agregan 150 cm^3 de una solución acuosa reciente de fucsina (no sulfonada) al 1 por 1000 y luego 100 cm^3 de una solución de bisulfito sódico de peso específico 1,36; agítase, agréganse 15 cm^3 de ácido sulfúrico puro concentrado. La mezcla, al cabo de algunas horas, debe ser límpida e incolora; se conserva en botella bien

cerrada y en la obscuridad, y debe emplearse al cabo de algunos días de su preparación.

2. Alcohol puro. Para tener alcohol puro se neutraliza exactamente el alcohol puro del comercio, que tenga al menos una graduación de 96° y se hierve en un recipiente provisto de un refrigerante de reflujo, por una hora, con 1-2 por 100 de clorhidrato de metafenilendiamina, y luego se destila, desechando las primeras porciones y las últimas. Del alcohol así obtenido se determina el peso específico y después se lleva a cabo la dilución a 90° y a 50° mediante las tablas XXVII y XXIX. El alcohol así preparado no debe tomar color ni con el reactivo de Schiff, ni si se mezcla con un volumen igual de ácido sulfúrico concentrado y si se calienta además la mezcla por una hora en un baño a 120°.

3. Solución tipo. Para preparar esta solución se pesan 0,1387 gr de amonaldehido (1) (recién preparado, y lavado con éter anhidro y desecado sobre ácido sulfúrico) correspondientes a 0,1 gr de aldehido acético, y se disuelven en unos 50 cm³ de alcohol de 50° exento de aldehido, en un matraz de 100 cm³. Agréganse 2,27 cm³ de ácido sulfúrico normal, y luego 2,5 cm³ de alcohol puro de 90° (para que la graduación no resulte alterada por el agua del ácido sulfúrico normal) y se diluye hasta 100 cm³ con más alcohol puro de 50°. Agítase, fíltrase, y del filtrado se toman exactamente 50 cm³ que se diluyen hasta un litro con alcohol puro de 50°. La solución así preparada contiene 0,05 gr de aldehido acético por litro.

Modo de operar.—Para proceder a un ensayo se ponen en un tubo 10 cm³ del alcohol en examen, arreglado a 50° como se ha dicho en la pág. 338, y en otro 10 cm³ de la solución tipo; agréganse en cada tubo 4 cm³ del reactivo de Schiff, ciérrase en seguida con un tapón, agítase y déjase por 20 minutos. Si al cabo de este tiempo los dos líquidos aparecen teñidos aproximadamente con igual intensidad, se observan directamente al colorímetro; de lo contrario, se repite la prueba, tomando menor cantidad del alcohol que ha dado mayor coloración y completando los 10 cm³ con alcohol puro de 50°, puesto que la intensidad de la coloración no se puede considerar proporcional a la cantidad de aldehidos, más que cuando la diferencia es muy pequeña. Con un poco de práctica se logra al

---

(1) Para preparar el amonaldehido se procede así: Disuélvense unos 25 cm³ de aldehido acético en 50 cm³ de éter anhidro y esta solución se pone en un vaso que se enfría enérgicamente rodeándole de una mezcla frigorífica de hielo y sal. Luego se hace burbujear amoníaco gaseoso perfectamente seco hasta que el líquido ha adquirido fuertemente su olor. La boca del tubo abductor del amoníaco sumergida en la solución aldehídica debe ser algo ancha para impedir la obstrucción por parte del amonaldehido que rápidamente se forma. Déjase reposar por algún rato, recógese el precipitado cristalino de amonaldehido formado, se lava con un poco de éter anhidro, se deja evaporar espontáneamente, y por fin se deseca en el desecador con ácido sulfúrico.

cabo de dos o tres ensayos tener tintes sensiblemente iguales, y entonces se confrontan los dos líquidos en el colorímetro de Duboscq (Cap. Vino), leyendo en la escala del instrumento los milímetros correspondientes a las respectivas alturas de los dos líquidos.

Cálculo de los resultados.—Con los datos obtenidos del experimento se calcula el contenido en aldehidos del siguiente modo: Habiendo empleado c cm³ del alcohol de 50° en examen y habiéndolos diluído hasta 10 cm³ con alcohol puro de 50°, si se han leído en el colorímetro m milímetros del líquido en examen, correspondientes a m' milímetros de la solución tipo, la cantidad de aldehidos por 100 cm³ del alcohol de 50° expresada en miligramos vendrá dada por la expresión:

$$5 \times \frac{10}{c} \times \frac{m'}{m}.$$

En cambio si para el ensayo colorimétrico se ha debido diluir la solución tipo tomando c' cm³ y diluyéndolos hasta 10, el contenido de aldehidos por 100 cm³ de alcohol de 50° expresado en miligramos vendrá dado por:

$$5 \times \frac{c'}{10} \times \frac{m'}{m}.$$

Para deducir de estos valores el tanto por ciento x en miligramos, de aldehidos en el alcohol dado, bastará multiplicarlos por el volumen V obtenido en la correcoión de 100 cm³ del alcohol originario para darle la graduación de 50° y dividir el producto por 100.

Si se desea luego calcular la cantidad X de aldehidos en miligramos por 100 cm³ del alcohol considerado anhidro, bastará multiplicar el valor de x por el mismo volumen V y dividir el producto por la graduación del alcohol originario.

EJEMPLOS.—1.° 100 cm³ de un alcohol de 45° se han llevado a 50° por adición (según la tabla) de 12,1 cm³ de alcohol puro de 90°, obteniéndose un volumen total de 111,8 cm³. El alcohol así diluído ensayado con el reactivo de Schiff dió una coloración evidentemente demasiado intensa con respecto a la del tipo, por lo que se diluyó más con alcohol puro de 50° de modo que 5 cm³ se diluyeron hasta 10 cm³. Con este nuevo líquido, ensayado a su vez con el reactivo de Schiff y examinado al colorímetro de Duboscq, se comprobó que la coloración de una columna de 12 mm de altura correspondía a la de una columna de 10 mm del tipo. De aquí que el contenido en aldehidos por 100 cm³ del alcohol así diluído a 50° expresado en miligramos está dado por:

$$5 \times \frac{10}{5} \times \frac{10}{12} = 8{,}3 \text{ mg}.$$

El tanto por ciento x de aldehidos del alcohol originario de 45° será:

$$x = \frac{8{,}3 \times 111{,}8}{100} = 9{,}28 \text{ mg}.$$

El tanto por ciento X de aldehidos del alcohol considerado anhidro será por fin:

$$X = \frac{8{,}3 \times 111{,}8}{45} = 20{,}6 \text{ mg.}$$

2.° En otro caso, con un espíritu de la misma graduación de 45°, para obtener coloraciones comparables entre la del líquido en examen y la del líquido tipo, hubo que diluir este último, de modo que 5 cm³ se convirtieron en 10 cm³. Las alturas de las columnas leídas en el colorímetro fueron de 10 mm para el líquido en examen y 9 mm para el líquido tipo

El contenido en aldehidos por 100 cm³ del alcohol diluído a 50° será:

$$5 \times \frac{5}{10} \times \frac{9}{10} = 1{,}25 \text{ mg.}$$

El tanto por ciento x de aldehidos del alcohol originario de 45° será:

$$x = \frac{2{,}25 \times 111{,}8}{100} = 2{,}50 \text{ mg.}$$

El tanto por ciento X de aldehidos en el alcohol considerado anhidro será

$$X = \frac{2{,}25 \times 111{,}8}{45} = 5{,}25 \text{ mg.}$$

Este procedimiento está indicado en los *Met. Uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.*

5. Reconocimiento y determinación del furfurol.—*A)* Reconocimiento cualitativo.—A 10 cm³ del alcohol en examen se agregan 10 gotas de anilina y 1 cm³ de ácido acético concentrado, se agita y se deja en reposo: si existe furfurol aparece en seguida o al cabo de cierto tiempo una coloración roja.

Esta reacción es sensibilísima: pero para estar seguros del resultado hay que emplear anilina pura y recién destilada, y comprobar que también el ácido acético es puro y no da por sí la reacción del furfurol. Además hay que advertir que los alcoholes que han permanecido en toneles de madera dan con el acetato de anilina una coloración amarilla que enmascara la reacción, y de aquí que en tal caso convenga redestilar antes de investigar la existencia del furfurol.

B) Determinación cuantitativa.— La reacción antes descrita puede aplicarse también a una determinación colorimétrica.

A tal fin se prepara una *solución tipo* de furfurol en alcohol puro de 50° que contenga 0,005 gr de furfurol por litro; también el alcohol que se haya de ensayar se lleva a 50°, y se tratan simultáneamente 10 cm³ de cada uno de los dos líquidos con 10 gotas de anilina y 1 cm³ de ácido acético concentrado; al cabo de 20 minutos se observan las coloraciones de los dos dos líquidos en un colorímetro Duboscq, procediendo en el caso de que las coloraciones no sean iguales, de modo semejante a cuanto se ha dicho para los aldehidos en la página 347. Cuando se haya establecido una sensible igualdad de colo-

raciones, se leerán en el instrumento las alturas correspondientes a los dos líquidos, de las cuales se deducen luego los tantos por ciento de furfurol en el alcohol originario y en el alcohol considerado anhidro, de modo análogo a lo expuesto para los aldehidos.

Este procedimiento está indicado en los *Met. Uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.*

6. Determinación de los alcoholes superiores.—Los alcoholes superiores que se puedan hallar en los espíritus son productos de las fermentaciones secundarias y están constituídos principalmente por alcohol amílico y además por alcohol isobutílico y butílico normal y alcohol propílico normal y por fin por pequeñas cantidades de homólogos superiores.

Su presencia se revela *cualitativamente*, si están en notable cantidad, por el enturbiamiento que aparece en el espíritu al diluirlo con agua y por el olor de los aceites amílicos, que se percibe frotando un poco del espíritu entre las manos.

Para proceder a la determinación *cuantitativa* de estas impurezas en conjunto se pueden seguir los dos siguientes métodos, de los cuales el primero se debe usar preferentemente para los aguardientes y los licores y el segundo para los alcoholes industriales.

A) MÉTODO COLORIMÉTRICO (Rocques).—Fúndase en la coloración morena que dan los alcoholes (y particularmente los de cadena no normal) al calentarlos con el ácido sulfúrico concentrado. El ensayo debe aplicarse a los alcoholes llevados a determinada graduación y purgados de los aldehidos, los cuales dan también una intensa coloración parda con el ácido sulfúrico. La determinación se hace colorimétricamente, en comparación con una solución tipo expresamente preparada.

Preparación de la solución tipo.—Prepárase esta solución con el alcohol isobutílico, porque es éste, de los alcoholes superiores, el que da con el ácido sulfúrico la coloración más intensa; pero debe advertirse que el alcohol superior predominante en los espíritus es el alcohol amílico, y por lo tanto los resultados de los ensayos referidos a ese tipo son convencionales, pero siempre comparables entre sí.

El alcohol isobutílico que hay que emplear debe prepararse del siguiente modo: tómase alcohol isobutílico del comercio y se somete a tres destilaciones sucesivas. En la primera se recoge lo que pasa entre 106°,5 y 107°,5, y esta fracción se destila de nuevo lentamente a través de bolas de rectificación, recogiendo lo que pasa entre 106°,7 y 107°,1, y por fin este segundo destilado se fracciona por tercera vez, recogiendo lo que pasa entre 106°,8 y 107°. Este último líquido es el que se emplea. Prepárase luego alcohol etílico purísimo, que no dé reacción alguna con el ácido sulfúrico (pág. 347)

y se le da la graduación de 66°,7 (1); y se prepara por fin la solución tipo que debe contener 0,667 gr de alcohol insobutílico por litro del alcohol puro mencionado.

Preparación preliminar del líquido alcohólico.—Hay que eliminar los aldehidos y dar al líquido determinada graduación. A tal fin, 100 cm³ del alcohol en ensayo, al que se habrá dado la graduación de 50° (como para la determinación de los aldehidos, pág. 347), se vierten en un matraz de unos 250 cm³, se agregan 2 gr de clorhidrato de *m*-fenilendiamina y algún trocito de pómez, se enlaza el matraz a un refrigerante de reflujo, y se hierve moderadamente por una hora; déjase enfriar, se substituye el refrigerante por otro ordinario descendente, y se destila, recogiendo exactamente 75 cm³ de destilado en un matraz de esta capacidad. El líquido así recogido contiene todo el alcohol existente en los 100 cm³ de líquido que se han destilado y contendrá por esto 66,7 por 100 de alcohol en volumen; éste es el líquido que se utilizará para la reacción.

Modo de operar.—En un matraz de unos 100 cm³ de capacidad, con cuello de 20 cm de largo, perfectamente limpio y seco, se vierten 10 cm³ del alcohol que se haya de ensayar preparado del modo antes descrito; después se agregan mediante una pipeta 10 cm³ de ácido sulfúrico concentrado purísimo, haciéndolo escurrir a lo largo de las paredes de modo que no se mezcle con el líquido alcohólico; agítase una vez y vivamente y se pasa en seguida el matraz a un baño a 120°, que se obtiene con una solución al 69 por 100 de cloruro de calcio que precisamente hierve a esa temperatura; para mantener constante la concentración y el nivel, se le superpone, boca abajo un matraz lleno de agua y cerrado por un tapón atravesado por un grueso tubo de vidrio cuyo extremo exterior, cortado oblicuamente, enrasa con la superficie del líquido. En este baño se mantiene el matraz exactamente por media hora; luego se separa y se deja enfriar.

El mismo tratamiento se aplica al mismo tiempo en otro matraz a 10 cm³ de solución tipo; y después de enfriar se confrontan las dos coloraciones al colorímetro. No siendo la coloración proporcional a la cantidad de alcoholes superiores presentes más que cuando la diferencia de intensidad entre las dos coloraciones confrontadas es muy pequeña, también precisa en este caso, como ya se dijo para el ensayo de los aldehidos, repetir si es preciso el ensayo, diluyendo ya el alcohol en examen, ya la solución tipo, con alcohol puro de 66°,7,

(1) Para obtener alcohol a 66°,7 basta agregar a 1 litro de alcohol de 90° 377,9 cm³ de agua destilada. En el caso de que se parta de un alcohol de graduación superior a 90°, se diluye primero hasta 90°, sirviéndose de la tabla XXVII, y después a cada litro se añaden 377,9 cm³ de agua. La cantidad de agua necesaria para dar a este alcohol la graduación de 66°,7 se puede tener también aplicando la fórmula de la nota 3, pág. 340.

para obtener dos coloraciones de intensidad poco diversa. O bien, puesto que se trata de coloraciones que se mantienen invariables durante algunos días con tal de que los líquidos se guarden en tubos bien cerrados y en la obscuridad, también resulta cómodo preparar una escala de diversos líquidos de confrontación, que contengan fracciones o múltiplos de la cantidad de alcohol isobutílico indicada antes para la solución tipo, y comparar la coloración obtenida en el alcohol en examen con la del líquido de confrontación que más se le aproxime.

Para el cálculo se pueden aplicar las fórmulas generales ya expuestas, en el caso de los aldehidos, en la pág. 348, teniendo en cuenta que la solución tipo corresponde al producto de destilación de una solución de 0,500 gr de alcohol isobutílico en un litro de alcohol de 50°, cuando la destilación se haya llevado a cabo en las mismas condiciones que la del alcohol en examen, es decir destilando 100 cm³ y recogiendo 75.

EJEMPLO: El alcohol en examen es de 45°; para darle la graduación de 50° hay que añadir a cada 100 cm³, 12,1 cm³ de alcohol puro de 90°, y se obtienen 111,8 cm³ de alcohol de 50°. La coloración obtenida en el ensayo, una vez sufridos todos los tratamientos ya indicados, equivalió a la dada por una solución de alcohol isobutílico de concentración $^1/_2$ del tipo; como el tipo corresponde a 500 mg de alcoholes superiores por litro de alcohol de 50°, el alcohol en examen, llevado a 50° contendrá 25 mg por 100 cm³. Y 100 cm³ del alcohol originario de 45° contendrán:

$$x = \frac{25 \times 111{,}8}{100} = 27{,}95 \text{ mg}$$

de alcoholes superiores; y 100 cm³ del alcohol anhidro contenido en el alcohol en examen contendrán:

$$x = \frac{25 \times 111{,}8}{45} = 62{,}1 \text{ mg.}$$

B) MÉTODO DE RÖSE.—Este método, con las modificaciones de que ha sido objeto por parte de Stutzer y Reitmayr, está basado en el diferente grado de solubilidad en el cloroformo del alcohol etílico y de sus impurezas, y especialmente de los alcoholes superiores que se hallan en general en los espíritus impuros; o en otros términos, en el aumento de volumen mayor o menor, y proporcionado a la cantidad de impurezas, que experimenta un determinado volumen de cloroformo puesto en contacto con un determinado volumen del alcohol en examen.

Reactivos.—1. Cloroformo.—El cloroformo debe ser puro y seco; puede obtenerse así agitándolo primero con ácido sulfúrico concentrado, separando el estrato ácido, y lavando después reiteradamente el cloroformo con agua en un embudo de separación; neutralízanse los últimos vestigios de ácido agitando el cloroformo con un

poco de solución diluída de carbonato sódico; se deseca dejándolo por un día en contacto con cloruro de calcio fundido, y por fin se destila y guarda en frascos de tapón esmerilado.

2. Alcohol puro.—Prepárase como se ha descrito en la pág. 347, para el ensayo de los aldehidos, y se le comunica la graduación de 30° sirviéndose de la fórmula:

$$x = 3{,}2187\ a - 100\ p$$

siendo x la cantidad de agua que debe agregarse a 100 cm³ de alcohol puro de graduación a y peso especifico p.

Aparatos.—El aparato para el ensayo consta en la forma que le han dado Herzfeld y Windisch, de un recipiente piriforme de vidrio (fig. 60) provisto de tapón esmerilado, de 200 cm³ de capacidad, y enlazado por medio de un tubo delgado y de calibre uniforme con un recipiente cilíndrico de unos 20 cm³ de capacidad. El tubo está graduado en centésimas de centímetro cúbico y su graduación se extiende de 20 a 22,5 cm³, ocupando una longitud de unos 18 cm³, de modo que es posible llegar a apreciar la centésima de centímetro cúbico.

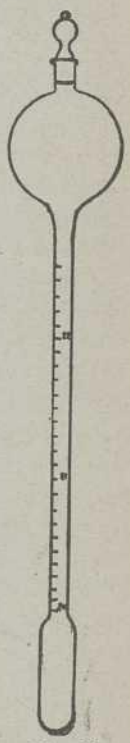


Fig. 60.

Los aparatos, cada vez que se usan, deben lavarse con agua, alcohol y éter, y secarse pasándolos por encima de una llama mientras se insufla en su interior una corriente de aire por medio de un tubo largo y afilado. De vez en cuando es también necesario lavarlos con una solución de bicromato potásico en el ácido sulfúrico concentrado.

Preparación del líquido en examen.—Hay que preparar el líquido alcohólico de suerte que se eliminen las restantes impurezas, como éteres, ácidos, aldehidos, que podrían influir en el ensayo, y además darle determinada concentración (30°). A tal fin se tratan 100 cm³ del líquido en ensayo con algunas gotas de solución concentrada de potasa cáustica, se hierve por una hora con refrigerante de reflujo, se destila la mayor parte del líquido, y el destilado se diluye hasta regenerar el volumen de 100 cm³.

El destilado así obtenido se lleva al 30 por 100 de alcohol en volumen, adicionándole alcohol puro o agua, según que el destilado tenga una graduación menor o mayor que 30°.

En el primer caso, es decir cuando el espíritu tiene una graduación a inferior a 30° y un peso específico p, la cantidad x de un alcohol a' y de peso específico p' que habrá que agregar a 100 cm³ del alcohol dado para darle la graduación de 30°, se calcula mediante

la siguiente fórmula deducida de la general de la nota 1 de la página 340:

$$x = 100\,\frac{0{,}9656\,a - 30\,p}{30\,p' - 0{,}9656\,a'}$$

El volumen V de la mezcla obtenida (nota 2 de la pág. 340) estará expresado por

$$V = \frac{100\,a + x\,a'}{30}$$

En cambio, en el caso de que el alcohol dado, por tener una graduación superior a 30°, se deba diluir con agua, servirán las siguientes fórmulas, en las cuales x es la cantidad de agua en centímetros cúbicos que ha de agregarse a un alcohol de graduación a y de peso específico p y V es el volumen de la mezcla resultante (1):

$$x = 3{,}2187\,a - 100\,p$$
$$V = 3{,}333\,a$$

Pero de todos modos es siempre conveniente antes de adoptar los líquidos alcohólicos así diluídos para el ensayo, comprobar con la balanza de Westphal el peso específico, que debe ser *exactamente* 0,9656 a 15° C.

Modo de operar.—Se emplean dos aparatos: uno para determinar el aumento de volumen del cloroformo con el *alcohol puro* y el otro para determinar el aumento de volumen con el *alcohol en ensayo*. Ambos aparatos, como también los frascos que contienen el cloroformo y los alcoholes preparados a 30°, se colocan en un baño de agua provisto de un buen termómetro y mantenido exactamente a 15°, y se tienen allí por un tiempo suficiente para que adquieran aquella temperatura. Después se introducen en los aparatos, mediante un embudo especial de llave con tubo afilado y de longitud suficiente para penetrar hasta el recipiente inferior, 20 cm^3 de cloroformo, evitando mojar con él la parte superior y el tubo graduado. Vuélvense los aparatos al baño por unos 5 minutos, y después se verifica que el cloroformo llega exactamente a la señal inferior de la graduación, y en caso contrario se añade o se quita con precaución mediante un largo tubo capilar; sécanse las paredes internas de cada uno de los tubos graduados mediante un pedazo de gasa arrollado y atado al extremo de un alambre y se vierten en uno de los aparatos 100 cm^3 de alcohol puro al 30 por 100, y en el otro 100 cm^3 del alcohol que se ha de analizar al 30 por 100; luego, en ambos aparatos, se añade 1 cm^3 de ácido sulfúrico puro de D = 1,286 a 15° C y se

(1) Estas fórmulas están deducidas de las generales expuestas en las notas 3 y 4 de la pág. 340.

vuelven a introducir los aparatos en el baño a 15° por 15 a 20 minutos. Tómase el aparato que contiene el alcohol puro, se vuelve boca abajo, teniéndolo bien cerrado, para hacer pasar todo el líquido a la bola más grande, y se vuelve a poner derecho con cuidado y a invertir dos o tres veces para hacer salir todo el cloroformo del depósito inferior. Después, teniendo el aparato horizontal o ligeramente inclinado y asiéndolo con una mano por el tubo graduado y con la otra por el cuello, mientras con un dedo se impide que salte o se afloje el tapón, se agita rápida y enérgicamente con 150 sacudidas; vuélvese a poner derecho, colócase de nuevo en el baño a 15°, y haciéndolo girar algo sobre su eje y golpeándolo lateralmente con los dedos, se hace retroceder todo el cloroformo a la parte inferior. La misma operación se lleva a cabo con el aparato que contiene el alcohol en ensayo. A los 15 a 20 minutos de estar los aparatos en el baño, se elevan lo suficiente para leer el volumen ocupado por el cloroformo en uno y otro aparato y la diferencia a 20 marcará el aumento de volumen.

Operando con alcohol puro y siguiendo exactamente las prescripciones, se debe tener un aumento de volumen de unos 1,64 cm^3; de todos modos hay que tomar como término de comparación la cifra precisa que viene dada por el experimento practicado, mas esa cifra debe siempre oscilar alrededor de 1,64 (1). Con los alcoholes que contienen alcoholes superiores el volumen del cloroformo experimenta un aumento mayor, por ser los alcoholes superiores más solubles en el cloroformo que el alcohol etílico. La diferencia d entre los aumentos de volumen obtenidos con el alcohol en examen y con el puro, multiplicada por 0,6631 (volumen de alcohol amílico por 100 cm^3 de alcohol de 30° correspondiente a 1 cm^3 de aumento) da los alcoholes superiores, calculados en centímetros cúbicos de alcohol amílico por 100 cm^3 de alcohol de 30°.

Del número hallado se deduce la cantidad de alcoholes superiores por ciento del alcohol en examen y por ciento de alcohol anhidro, multiplicándolo respectivamente por $\frac{V}{100}$ y por $\frac{V}{a}$. En el caso particular de que la dilución se haya efectuado con agua, basta multiplicar el número hallado respectivamente por $\frac{a}{30}$ y por 3,333 (2).

Hay que advertir que los resultados del ensayo Röse no son absolutos, sino convencionales, porque no todos los diversos alcoholes superiores

---

(1) El ensayo con el alcohol puro que debe servir como término de confrontación debe siempre hacerse para cada serie de determinaciones que se verifican.

(2) En algunos casos los alcoholes superiores se requieren referidos a un litro de alcohol, lo que se obtiene multiplicando por 10 los datos que se tienen referidos a 100 cm^3.

dan el mismo aumento de volumen del cloroformo, y aun limitándose a los tres principales: alcohol amílico, alcohol isobutílico y alcohol propílico, los aumentos dados por volúmenes iguales de los mismos están aproximadamente como 1 : $^1/_2$: $^1/_3$. Pero como el alcohol amílico, que es el que da mayor aumento, es también el que predomina, se ha establecido calcular los resultados en alcohol amílico. También conviene observar que si en el alcohol originario existen éteres de alcoholes superiores, en la destilación con la potasa se saponifican, y los alcoholes procedentes de la saponificación se cuentan luego como alcoholes superiores. Claro está que con esto no reza el éter etílico, cuya influencia cesa con la saponificación; y también cesa o queda muy atenuada, como ya se dijo, la acción de las demás impurezas después de la destilación con la potasa.

Los dos métodos descritos están indicados también en los *Met. Uff. del M. di A. I. e C.*

5. Investigación y determinación de los metales

Los metales, y especialmente el cobre, el zinc y el plomo, pueden hallarse en los espíritus en pequeña cantidad, como provenientes de los aparatos de destilación o de los recipientes en que se han conservado. Reconócense y se determinan evaporando una cantidad suficiente de líquido, incinerando el residuo y tratando las cenizas con los métodos ordinarios del análisis cualitativo y cuantitativo. En particular se puede determinar el cobre en pequeña cantidad colorimétricamente tratando las cenizas con ácido nítrico y alcalinizando después con amoníaco. Este líquido, si aparece teñido de azul, se confronta con soluciones de cobre de concentración conocida y preparadas de análogo modo.

Menores cantidades se revelan por el color azul que aparece al agregar al espíritu débilmente acidulado con ácido acético, algunas gotas de tintura de guayaco (pág. 378) y de cianuro potásico.

Por fin cantidades mínimas de cobre pueden descubrirse agregando al líquido en ensayo dos o tres gotas del reactivo de Uhlenhutt (modificado) que se obtiene disolviendo 0,5 gr del ácido 1-2-diamidoantraquinon-3-sulfónico en 500 cm^3 de agua y agregando 40 cm^3 de hidrato sódico al 35 por 100. Este reactivo, que es de color rojo, provoca en presencia del cobre la aparición de una hermosa coloración azul.

6. Investigación de los desnaturalizantes

Las principales substancias empleadas para la desnaturalización del alcohol industrial son: las bases pirídicas, la acetona y los aceites de acetona (constituídos principalmente por homólogos de la acetona, y sobre todo de metiletilquetona), el alcohol metílico bruto y el benzol bruto.

Para descubrir en un espíritu estas substancias, y en caso nece-

sario determinarlas, es ante todo necesario destilar cierta cantidad del alcohol (por ejemplo 300 cm³) adicionado de las aguas de loción del recipiente de medida, en presencia de algunas gotas de hidrato sódico o de una pequeña cantidad de óxido de magnesio, para separar las substancias fijas y las materias colorantes si las contiene, y para poner en libertad las bases pirídicas, dado caso de que estuvieran en parte salificadas, y recoger el mismo volumen del espíritu empleado.

Sobre el destilado incoloro así obtenido, del cual se determina con exactitud el grado alcohólico; se procede a las investigaciones y determinaciones que a continuación se indican.

1. Investigación y determinación de las bases pirídicas.—*A)* INVESTIGACIÓN CUALITATIVA.—1. Se tratan 5-6 cm³ del alcohol destilado, que debe tener una graduación alcohólica, en volumen, de al menos 85°, con 2-3 cm³ de una solución alcohólica al 5 por 100 de cloruro de cadmio anhidro y se agita. Si existe piridina se forma en seguida, o al cabo de algún tiempo, un precipitado blanco, cristalino.

2. Se acidulan netamente con ácido sulfúrico diluído, 20-30 cm³ del alcohol destilado y se evapora al baño maría hasta eliminación del alcohol, pero procurando no evaporar hasta sequedad. Introdúcese el residuo en un matracito de destilación, se alcaliniza netamente con hidrato sódico y se destila recogiendo los primeros 2-3 cm³ de destilado (que en presencia de piridina tendrá un marcado olor desagradable), se acidifica con algunas gotas de ácido clorhídrico concentrado y se agrega una solución acuosa de cloruro de oro al 1 por 100. Si existen bases pirídicas se obtendrá un precipitado cristalino de color amarillo claro. Calentando el precipitado obtenido, una vez lavado y seco, en un pequeño tubo de ensayo, en presencia de algunas gotas de hidrato sódico, se deberá advertir el olor característico de piridina.

B) DETERMINACIÓN CUANTITATIVA (según François) (1).—Introdúcese en una capsulita de porcelana perfectamente limpia y tarada, alcohol destilado en cantidad tal que contenga aproximadamente 0,1 gr de bases pirídicas, se acidula con 20-30 gotas de ácido clorhídrico diluído, se agrega un ligero exceso de solución de cloruro de oro al 20 por 100 (por cada 0,1 gr de bases pirídicas precisan unos 0,6 gr de cloruro de oro) y se evapora lentamente al baño maría hasta casi sequedad. Complétase la desecación en desecador de vacío, que contenga ácido sulfúrico, y se trata el residuo con 10-15 cm³ de éter anhidro para expulsar el exceso de cloruro de oro.

Después de un breve reposo se filtra por decantación a través de un pequeño filtro, se trata con otros 10-15 cm³ de éter, se filtra de

(1) *Compt. Rendus*, 1903, vol. 137 (S), pág. 329.

nuevo por decantación y se repite la operación por 3-4 veces, de modo que venga a usarse en conjunto unos 50 cm³ de éter, y hasta que el éter pase incoloro. Calcínase luego con precaución el residuo que queda en la capsulita, constituído por la sal de oro de las bases pirídicas, se agrega el filtro, se quema en la misma cápsula y después de enfriar se pesa el oro metálico obtenido. Multiplicando el oro pesado por el factor 0,401 resulta la cantidad en peso de bases pirídicas, expresada en *piridina*, contenidas en el alcohol empleado. Si se quieren expresar los resultados en *bases pirídicas*, se deberá multiplicar el oro hallado por el factor 0,5583. Siendo el peso específico de las bases pirídicas aproximadamente igual a 1, la cantidad en peso hallada indicará también la cantidad en volumen.

2. Rebusca y determinación de las quetonas en ausencia de aldehidos (1).—*A)* INVESTIGACIÓN CUALITATIVA.—*a)* En una probeta de tapón esmerilado se toman 5 cm³ del alcohol destilado, se diluye con 20 cm³ de agua y se agrega una solución de paranitrofenilhidracina (2) que se prepara en el momento de usarla disolviendo en caliente 0,2 gr de paranitrofenilhidracina en 5 cm³ de acido acético al 30 por 100, enfriando y filtrando para obtener una solución perfectamente límpida. En presencia de acetonas, al cabo de 1-2 horas de reposo se forma un grupo de cristales aciculares de color amarillo.

---

(1) Para verificar la presencia de los aldehidos se tratan 3-4 cm³ del alcohol destilado, con 3-4 cm³ de reactivo de Schiff. Si no aparece ninguna coloración, o bien sólo una coloración ligeramente rosada, se deberá excluir la presencia de aldehidos.

(2) La *paranitrofenilhidracina* puede hallarse en el comercio, procedente de las más acreditadas fábricas de productos químicos. Pero no es difícil prepararla en el laboratorio, partiendo de la paranitroanilina.

Prepárase ante todo una solución de sulfito potásico saturando en frío con anhídrido sulfuroso una solución de 10 gr de hidrato potásico en 50 cm³ de agua y neutralizando al fin con carbonato potásico en polvo (para 10 gr de hidrato potásico y 50 cm³ de agua hay que emplear unos 18 gr de carbonato potásico).

Pulverízanse finamente 10 gr de paranitroanilina, pónense en un vaso y se humedecen con algunos centímetros cúbicos de agua. Se agregan 21 cm³ de ácido clorhídrico concentrado (al 37 por 100), se agita vivamente, se enfría en baño de hielo y sal a —5° y poco a poco, agitando, y dejando enfriar después de cada adición, se agrega una solución, también enfriada, de 6 gr de nitrito sódico en 10 cm³ de agua. Al cabo de algún tiempo se filtra rápidamente la solución a través de un filtro de pliegues, se neutraliza, siempre enfriando, con solución concentrada de carbonato sódico y se diluye hasa 100 cm³.

Viértese luego la solución así diluída, poco a poco, en 50 cm³ de la solución de sulfito potásico, enfriada a 0° y adicionada de 10 gr de carbonato potásico, se agita vivamente hasta obtener una masa cristalina constituída por paranitrofenilhidracinsulfonato potásico y se filtra por aspiración, lavando con un poco de agua, La sal obtenida se pasa a una cápsula, se agregan 40 cm³ de agua y 40 cm³ de ácido clorhídrico concentrado y se calienta en baño maría hirviente por unos 10 minutos. Después de fría se neutraliza la solución, agregando poco a poco, y enfriando, carbonato sódico en polvo, y luego se agrega un exceso de acetato sódico sólido, y al cabo de algún tiempo de reposo a 0°, se recoge a la trompa la paranitrofenilhidracina separada, que se lava con un poco de agua y se deseca primero entre papel secante y por fin por exposición al aire.

b) Se ponen 5 cm³ del alcohol destilado en una probeta de tapón esmerilado, se diluyen con 20 cm³ de agua, se agregan 2 cm³ de amoníaco concentrado y 3-4 cm³ de solución de yodo en yoduro de amonio, preparada disolviendo en 100 cm³ de agua 5 gr de yoduro de amonio y 2 gr de yodo. Si después de algunas horas de reposo, cuando ha desaparecido el precipitado pardo de yoduro de nitrógeno, se observan en el fondo del recipiente pequeños cristales de yodoformo, se deberá deducir la presencia de cetonas.

B) DETERMINACIÓN CUANTITATIVA.—1. *Método por pesada.*—Consiste en separar mediante adición de paranitrofenilhidracina las cetonas (dimetil y metiletilcetona) en forma de fenilhidrazonas, que se recogen y pesan directamente.

INTERCAMBIO DE PUBLICACIONES

Pónense 10 cm³ del alcohol destilado en un matraz cónico, dilúyese con 50 cm³ de agua y se agrega un ligero exceso de paranitrofenilhidracina, disuelta en ácido acético al 30 por 100 (por cada 0,1 gr de acetona se necesitan unos 0,3 gr de paranitrofenilhidracina disueltos en 5-6 cm³ de ácido acético al 30 por 100). Después de haberlo dejado en reposo por una hora aproximadamente se recoge el grupo de cristales de fenilhidrazona formados en un crisol de Gooch tarado, se lava con un poco de alcohol al 20 por 100, se deseca a 105° y se pesa. Multiplicando la fenilhidrazona hallada por el factor 3,005 se obtiene la cantidad en peso de cetonas, expresada en dimetilcetona (acetona) contenida en 100 cm³ de muestra, y dividiendo el valor hallado por la densidad de la acetona (0,8) resulta la cantidad en volumen. Multiplicando en cambio la fenilhidrazona hallada por el factor 3,478 se obtiene el peso de las cetonas, expresado en metiletilcetona (aceite de acetona), contenido en 100 cm³ de muestra, y dividiendo el valor hallado por 0,84 (densidad media del aceite de acetona) resulta la cantidad en volumen.

2. *Método volumétrico.*—Consiste en hacer reaccionar las cetonas con un exceso de solución valorada de yodo, y en determinar el yodo no absorbido.

Reactivos.—Para proceder a la determinación volumétrica de las cetonas se necesitan los siguientes líquidos:

a) Solución valorada de hiposulfito sódico.—Obtiénese esta solución aproximadamente decinormal disolviendo 25 gr de hiposulfito puro, cristalizado, en agua destilada y diluyendo el volumen hasta 1 litro. El título de esta solución, con respecto al yodo, se establece con las normas indicadas en la página 64 del tomo I.

b) Solución de yoduro potásico.—Disuélvense 125 gr de yoduro potásico purísimo en agua destilada y se diluye el volumen de la solución hasta ½ litro; por otra parte se disuelven 100 gr de hidrato sódico en agua destilada, se diluye hasta ½ litro y se reúnen ambas soluciones.

c) Solución de ácido sulfúrico.—Prepárase pesando 150 gr de

ácido sulfúrico concentrado y diluyendo hasta 1 litro; 20 cm³ de esta solución deben dejar ácida una mezcla de 20 cm³ de la solución alcalina de yoduro potásico y 10 cm³ de la solución de hipoclorito *e*.

d) Engrudo de almidón (tomo I, pág. 510).

e) Solución valorada de hipoclorito sódico.—Se deslíen en una cápsula 100 gr de hipoclorito de calcio (al 35 por 100 de cloro) con 400 cm³ de agua, y se disuelven aparte 120 gr de carbonato sódico cristalizado en 400 cm³ de agua hirviente, y se vierte la solución hirviente sobre el hipoclorito. Después de enfriar se filtra y se diluye hasta 1 litro el volumen del líquido filtrado. A la solución así obtenida se agregan 25 cm³ de solución de hidrato sódico al 25 por 100.

Para proceder a la valoración de esta solución se ponen en un frasco de ½ litro y de tapón esmerilado, 100 cm³ de agua destilada, 20 cm³ de la solución alcalina de yoduro potásico *b* y agitando continuamente, se agregan 10 cm³ de la solución de hipoclorito *e*. Tápase el frasco, agítase por algunos instantes y se agregan 20 cm³ de la solución sulfúrica *c* y se valora con la solución de hiposulfito *a* el yodo liberado. Establécese de este modo la cantidad de yodo que queda liberada, en aquellas condiciones, por 10 cm³ de la solución de hipoclorito.

Modo de operar.—Introdúcense en un frasco de ½ litro, de tapón esmerilado, 100 cm³ de agua destilada, 2 cm³ exactos del alcohol destilado en examen, 20 cm³ de solución alcalina de yoduro potásico, y agitando, se agregan 10 cm³ exactos de la solución de hipoclorito. Cerrado el frasco, se agita por algunos instantes, se agregan 20 cm³ de la solución de ácido sulfúrico, y se valora el exceso de yodo no absorbido mediante la solución de hiposulfito.

Si se resta de la cantidad de yodo liberada por 10 cm³ de solución de hipoclorito, la cantidad de yodo que ha quedado, en la verificación del ensayo, no absorbida, se podrá calcular la cantidad de yodo *I* que ha reaccionado con las cetonas contenidas en el alcohol para formar yodoformo; y de ésa se podrá deducir la cantidad *X* en peso de cetonas, expresadas en dimetilcetona, contenidas en 100 cm³ del alcohol, con la fórmula:

$$X = \frac{58 \times I}{761{,}5} \times 50.$$

Para tener la cantidad en volumen se divide el valor hallado por la densidad de la acetona (0,8). Si se desea referir los resultados a metiletilcetona, se substituye en la fórmula el peso molecular de la dimetilcetona (58) por el de la metiletilcetona (72), y dividiendo por 0,84 (peso específico medio del aceite de acetona) se tiene la cantidad en volumen.

EJEMPLO: En la valoración de la solución de hiposulfito y de hipoclorito se obtuvieron los siguientes resultados: 1 cm³ de solución de hiposulfito corresponde a 0,0255 gr de yodo; 10 cm³ de solución de hipoclorito liberan 0,3939 gr de yodo.

En la ejecución del ensayo sobre 2 cm³ de espíritu, se ha comprobado que el exceso de yodo no absorbido equivale a 0,1657 gr. La cantidad de yodo combinada corresponde por lo tanto a 0,3939 — 0,1657 = 0,2282 gr. La cantidad en peso de cetonas, expresada en dimetilcetona, contenida en 100 cm³ de espíritu viene dada por la fórmula:

$$X = \frac{58 \times 0{,}2282}{761{,}5} \times 50 = 0{,}85$$

de dimetilcetona en 100 cm³ de espíritu, que equivalen a 1,05 cm³.

3. Rebusca y determinación de las cetonas en presencia de aldehidos.—*A)* INVESTIGACIÓN CUALITATIVA.—Dilúyese convenientemente cierta cantidad de alcohol destilado de modo que se obtengan unos 50 cm³ de alcohol de unos 50°, se agregan 10 cm³ de solución de hidrato sódico al 10 por 100 y se hace hervir con refrigerante de reflujo por 15 minutos. Transcurrido este tiempo se deja enfriar un poco y se destila, recogiendo unos 30-40 cm³ de destilado. Dilúyese el destilado hasta 50 cm³, agréganse 0,5 cm³ de ácido fosfórico siruposo y 0,5 cm³ de anilina incolora y se calienta a la ebullición con refrigerante de reflujo por ½ hora aproximadamente. Con estos tratamientos se destruyen o se fijan los aldehidos contenidos en el alcohol en examen. Después de haber dejado enfriar un poco, se destila lentamente y se recogen separadamente dos porciones del destilado, de 5 cm³ cada una, y sobre estas dos porciones se ensaya la presencia de las cetonas por uno de los métodos antes expuestos (pág. 358). Si las cetonas existen en proporción no reducida a simples vestigios, las reacciones deberán resultar positivas en ambas porciones de destilado.

B) DETERMINACIÓN CUANTITATIVA.—Tómanse 25 cm³ exactos del alcohol destilado, pónense en un matracito, agréganse unos 30 cm³ de agua, 0,5 cm³ de ácido fosfórico siruposo, 0,5 cm³ de anilina y se hace hervir con reflujo por ½ hora. Déjase enfriar, y luego se destila la mayor parte del líquido, recogiendo el destilado en un matracito tarado de 50 cm³. Complétase con agua el volumen y se procede a la determinación de las cetonas (V. n. 2) empleando 20 cm³ del destilado si se quiere proceder a la determinación gravimétrica, y 4 cm³ si se quiere llevar a cabo la volumétrica.

4. Rebusca y determinación del alcohol metílico.—*A)* INVESTIGACIÓN CUALITATIVA.—*a)* Destílanse lentamente 25 cm³ del alcohol en examen y se recogen los primeros 3-4 cm³ de destilado que se pasan a un matraz cónico, se diluyen con 25 cm³ de agua, se les agregan 15-20 gotas de ácido sulfúrico diluído, 3-4 cm³ de solución

de ácido crómico al 1 por 100 y se somete a nueva destilación. Eliminados los primeros 5-6 cm^3 de destilado, se recogen los 10 cm^3 que destilan sucesivamente, se tratan con 1 cm^3 de solución de clorhidrato de fenilhidracina al 4 por 100, 0,5 cm^3 de solución de cloruro férrico al 4 por 100 y 2-3 cm^3 de ácido clorhídrico concentrado. En presencia de aldehido fórmico, producido por oxidación del alcohol metílico, se observa una hermosa coloración carmesí.

b) Siguiendo las normas indicadas más adelante en *B* se oxida una pequeña cantidad del alcohol en examen, que naturalmente no deberá contener aldehido fórmico, con permanganato potásico en presencia de ácido sulfúrico, se destruye el exceso de permanganato con ácido oxálico y se comprueba la formación de aldehido fórmico con el reactivo de Schiff. Si al cabo de 5-6 horas de reposo la solución ha adquirido una coloración violácea con tendencia al azul, quedará demostrada la presencia del alcohol metílico.

Si el alcohol en examen contuviese esencias, perfumes, substancias aromáticas, etc., antes de proceder a la investigación del alcohol metílico, habría que eliminar esas substancias por el método expuesto en la página 366.

A propósito de la rebusca del alcohol metílico hay que advertir que en los alcoholes provenientes de la destilación de los orujos o de diversas especies de frutas, está contenida a veces una pequeña cantidad de alcohol metílico, a menudo suficiente para dar las reacciones indicadas. Por esto la presencia de pequeñas cantidades de alcohol metílico no basta para poder asegurar que el espíritu examinado proceda de un alcohol desnaturalizado.

B) DETERMINACIÓN CUANTITATIVA (colorimétrica).—El método consiste en oxidar con permanganato potásico, en presencia de ácido sulfúrico, el alcohol metílico para convertirlo en aldehido fórmico, y en agregar a la solución determinada cantidad de reactivo de Schiff, que toma una coloración azul violácea más o menos intensa según la cantidad de aldehido fórmico y por lo tanto de alcohol metílico presente, y en comparar la coloración obtenida con la que en las mismas condiciones toman las soluciones de conocido contenido en alcohol metílico.

Reactivos.—1. Reactivo de Schiff. Disuélvese 1 gr de fucsina en 1 litro de agua, agréganse 8-10 gr de bisulfito sódico disueltos en 20-30 cm^3 de agua, y poco a poco y agitando se acidula con 20 cm^c de ácido clorhídrico de D = 1,19. Después de un reposo conveniente en la obscuridad y en recipiente bien cerrado, la solución queda enteramente incolora, y puede ser usada para el ensayo. El reactivo será tanto más sensible cuanto menor sea la cantidad de bisulfito agregada para obtener la decoloración de la fucsina.

2. Solución de permanganato potásico al 1 por 100.
3. Solución de ácido oxálico al 8 por 100.

4 Solución de ácido sulfúrico preparada agregando a 80 cm³ de agua destilada 20 cm³ de ácido sulfúrico concentrado.

5. Soluciones tipo. Estas soluciones sirven para la confrontación colorimétrica. Para facilitar la ejecución del ensayo es muy útil tener preparada una serie de soluciones tipo que en las condiciones del experimento correspondan respectivamente a un contenido de alcohol metílico, en volumen, de 0,25; 0,5; 0,75; 1; 1,5; 2 por 100.

Para preparar estas soluciones se pone en un matraz tarado de 200 cm³ una cantidad de alcohol metílico puro, correspondiente exactamente a 2 cm³ de alcohol metílico anhidro y una cantidad de alcohol etílico puro, exento de alcohol metílico, correspondiente a 16 cm³ de alcohol etílico anhidro y se completa el volumen con agua (solución *a*). 1 cm³ de esta solución contiene 0,01 cm³ de alcohol metílico anhidro. En otro matraz tarado de 1 litro se pone una cantidad de alcohol etílico puro, exento de alcohol metílico, correspondiente a 90 cm³ de alcohol etílico anhidro, y se completa el volumen con agua (solución *b*).

Para preparar la serie de las soluciones tipo se introducen en 6 matracitos tarados de 100 cm³ respectivamente 2,5; 5; 7,5; 10; 15; 20 cm³ de la solución *a* y se completa el volumen con la solución *b*. Así se tienen seis soluciones de graduación alcohólica total de 9° (la más conveniente para la ejecución del ensayo) que contienen respectivamente 0,025; 0,05; 0,075; 0,1; 0,15; 0,2 por 100 de alcohol metílico, las cuales, teniendo en cuenta la dilución 1 : 10 a que se someterá el líquido en examen, corresponden a un contenido en alcohol metílico de 0,25; 0,5; 0,75; 1; 1,5; 2 por 100. Estas soluciones se distinguirán con los números 1, 2, 3, 4, 5 y 6.

Aparatos.—Para proceder a la valoración colorimétrica pueden servir, aunque no sean indispensables, las disposiciones comunes para determinaciones colorimétricas. La reacción cromática conviene producirla en tubos de tapón esmerilado de 20-25 cm³ de capacidad y 1,5 cm aproximadamente de diámetro, todos perfectamente del mismo calibre (V. determinación colorimétrica del carbono en los aceros, tomo I, pág. 231).

Modo de operar.—Tómanse 10 cm³ del líquido destilado (pág. 356) cuyo grado alcohólico se conoce y no debe ser superior a 90° (1), pásanse a un matraz tarado de 100 cm³, se agrega una cantidad tal de alcohol etílico puro, exento de alcohol metílico, que cuando el líquido sea diluído a 100 cm³ venga a contener exactamente 9 cm³ de alcoholes totales (V. el ejemplo más adelante), y se completa con agua el volumen.

Tómase 1 cm³ de la solución así preparada y al mismo tiempo

(1) Si el espíritu en examen tiene graduación superior a 90° hay que diluirlo, teniendo luego en cuenta la dilución en los cálculos.

1 cm³ de cada una de las soluciones tipo, y se ponen en otros tantos tubos de tapón esmerilado. En cada tubo se vierten 5 cm³ de la solución de permanganato y 1 cm³ de la solución de ácido sulfúrico y se agita. Al cabo de unos dos minutos, se agrega en cada tubo 1 cm³ de la solución de ácido oxálico y se agita. Despréndese anhídrido carbónico y el líquido toma un color amarillento. Agrégase otro centímetro cúbico de la solución de ácido sulfúrico, y cuando el líquido ha quedado incoloro, 5 cm³ del reactivo de Schiff y se agita de nuevo. Al cabo de 15-20 minutos comienza a aparecer una coloración violácea debida a la reacción del aldehido fórmico y el aldehido acético sobre el reactivo de Schiff, pero a las 5-6 horas la coloración debida al aldehido acético desaparece y queda estable la coloración azulada debida al aldehido fórmico; por esto al cabo de ese tiempo se puede proceder a la confrontación colorimétrica. Aproxímase el tubo que contiene el líquido en examen a los dos tubos que contienen las soluciones tipo que han dado la intensidad de coloración más próxima a la del líquido en examen y se evalúa su contenido en alcohol metílico.

Si la intensidad de la coloración dada por el líquido en examen es más fuerte que la dada por el tipo n. 6 (que corresponde al 2 por 100 de alcohol metílico) se repite el ensayo tomando solamente 2 cm³ del espíritu en examen, y diluyéndolos a 100 cm³, previa adición de la cantidad de alcohol etílico necesaria para conseguir que el contenido en alcoholes sea de 9°. El valor obtenido en la observación colorimétrica hay que multiplicarlo por 5.

Si la cantidad de alcohol metílico existente en la muestra es tan exigua (inferior a 0,25 por 100) que la coloración resulta menos intensa que la dada por la solución tipo n. 1, se tomarán 100 cm³ de muestra para destilarlos con una pequeña columna desflemadora, recogiendo los primeros 50 cm³ exactos de destilado y sometiéndolos al ensayo cromático. En la valoración hay que tener en cuenta la concentración producida.

EJEMPLO: El líquido en examen tiene una graduación alcohólica de 50°. Tómanse 10 cm³ (que contienen 5 cm³ de alcohol anhidro), se pasan a un matraz de 100 cm³, se agregan 4,2 cm³ de alcohol etílico de 95° (correspondientes a 4 cm³ de alcohol anhidro) para que la riqueza alcohólica después de la dilución sea de 9° y se completa con agua el volumen. Sobre 1 cm³ de la solución, al mismo tiempo que sobre las soluciones tipo, se produce la reacción cromática. Al cabo de 15 horas se observa que la intensidad de coloración del líquido en examen es semejante a la dada por la solución tipo n. 2 (que corresponde a 0,5 por 100 de alcohol metílico). Debe concluirse que en la muestra en examen el alcohol metílico está contenido en la proporción de 0,5 cm³ por 100 cm³ de líquido.

Cuando se quiere referir el contenido en alcohol metílico a 100 cm³ de alcohol anhidro, para evitar cálculos es preferible tomar

una cantidad del espíritu destilado que contenga exactamente 9 cm^3 de alcohol, introducirla en un matraz de 100 cm^3, añadir agua destilada hasta enrase, y sobre 1 cm^3 del líquido así preparado practicar el ensayo colorimétrico.

EJEMPLO: Si el destilado del espíritu en examen tiene una riqueza alcohólica de 41°,71, se tomarán 21,58 cm^3, correspondientes a 9 cm^3 de alcohol anhidro, y se diluirán con agua hasta 100 cm^3. Sobre 1 cm^3 del líquido así obtenido se practica el ensayo de confrontación con las soluciones tipo ordinarias.

La coloración obtenida es comparable a la dada por el tipo n. 2 (que contiene 0,05 cm^3 de alcohol metílico por ciento), lo que significa que en 9 cm^3 de alcohol anhidro existen 0,05 cm^3 de alcohol metílico. Con una sencilla proporción se refieren luego los valores hallados a 100 cm^3 de alcohol anhidro.

El método colorimétrico para la determinación del alcohol metílico en los espíritus es muy cómodo, y siguiendo fielmente las normas indicadas, es también muy exacto. Préstase especialmente al caso en que el alcohol metílico exista en pequeñas cantidades (hasta 5-6 por 100). Cuando el alcohol metílico exista en mayor proporción, se recurrirá preferentemente al método gravimétrico (V. pág. 367).

5. Rebusca del benzol y sus homólogos.—Está basado el método en la transformación del benzol y sus homólogos en los respectivos nitroderivados, subsiguiente reducción a aminoderivados, diazoación y copulación con α naftol.

Dilúyense con agua 50-100 cm^3 del alcohol destilado en examen, hasta reducir la graduación alcohólica a unos 25°, agrégase un poco de ácido sulfúrico diluído y se destila con cuidado con un pequeño refrigerante seco, recogiendo las primeras 2-3 gotas de destilado, que se hacen caer sobre 5 cm^3 de sulfuro de carbono contenidos en un embudito separador. Agréganse 4-5 cm^3 de solución de carbonato sódico al 10 por 100, se agita, se dejan separar los dos estratos y se recoge el inferior, constituído por el sulfuro de carbono que lleva en disolución los hidrocarburos aromáticos, en un segundo separador; lávase con algunos centímetros cúbicos de agua destilada y se recoge en un matracito cónico, atendiendo a que no caiga en él gota alguna de agua.

Agréganse gota a gota 2 cm^3 de mezcla nítricosulfúrica preparada mezclando 1 cm^3 de ácido nítrico fumante con 10 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado, y se agita por 5 minutos. Decántase la mayor parte del sulfuro de carbono y se vierten sobre la mezcla ácida restante, de una sola vez, 10 cm^3 de agua, lo cual produce una elevación de temperatura suficiente para volatilizar los remanentes vestigios de sulfuro de carbono. En cuanto al sulfuro de carbono decantado, se pasa a una cápsula con 10 cm^3 de agua, y se evapora al baño maría; expulsado el sulfuro de carbono, se pasan a un embudo de llave ambos líquidos acuosos, es decir, así el del matracito como el

de la cápsula, y se extraen con 10 cm³ de éter. Quitado el líquido acuoso, se lava el éter primero con algunos centímetros cúbicos de agua alcalinizada con carbonato sódico, luego por un par de horas se hace evaporar a suave calor. Al residuo se agregan 20 cm³ de agua acidulada con ácido clorhídrico, una gota de cloruro platínico y 0,2-0,3 gr de polvo de zinc, de modo que el desprendimiento de hidrógeno se prolongue por unos 10 minutos.

Cesado éste, se filtra, se enfría a unos 15°, y al líquido, que debe estar ácido, se agregan 5-10 gotas de una solución acuosa de nitrito sódico al 10 por 100; se neutraliza el ácido con carbonato sódico, enfriando, y al líquido enturbiado por la presencia de carbonato de zinc se añaden una o dos gotas de una solución alcalina de α-naftol (α-naftol 0,1 gr, agua 100 cm³; sosa cáustica de peso específico 1,35, 5 cm³). Si en el alcohol existía benzol o sus homólogos, se obtiene una coloración anaranjada, debida a un azocolorante que se forma entre el α-naftol y el diazocompuesto de la anilina o bases análogas.

6. Rebusca y determinación del alcohol metílico

El alcohol metílico, además de hallarse en los espíritus provenientes de alcoholes desnaturalizados, en cuyo caso ya se ha indicado el método que se ha de seguir para revelarlo y determinarlo (pág. 361), se puede hallar también en cantidades más notables, especialmente en las bebidas alcohólicas, licores, etc., por haberlo fraudulentamente adicionado en substitución del alcohol etílico. Para su reconocimiento y determinación en este último caso es necesario eliminar ante todo las substancias extrañas fijas o volátiles.

Para eliminar las substancias fijas se destilan 100 cm³ de muestra, recogiendo exactamente 100 cm³ de destilado. Para eliminar luego del destilado las substancias volátiles, se toman 50 cm³ en un embudo separador, se diluyen con 100-150 cm³ de agua saturada de cloruro sódico, se agregan 50 cm³ de ligroína o de éter de petróleo y se sacude por 5 minutos. Después del conveniente reposo se separa el estrato inferior, recogiéndolo en un matraz de destilación; se lava el estrato de ligroína o de éter de petróleo con 25 cm³ de agua salada, se separa de nuevo el estrato inferior y se destilan las dos soluciones acuosas reunidas, con una columnita desflemadora, recogiendo los 100 primeros cm³ en un matraz tarado. En el destilado, del cual se determina la graduación alcohólica en volumen y en peso por 100 cm³, se procede a la investigación y determinación del alcohol metílico.

1. **Reconocimiento cualitativo.**—Aplícanse los mismos métodos indicados para la investigación de los desnaturalizantes (pág. 361).

2. **Determinación cuantitativa.**—1. MÉTODO COLORIMÉTRICO.—Está especialmente indicado en presencia de pequeñas cantidades de alcohol metílico (hasta 5-6 por 100). Tómanse 20 cm³ del destilado

(correspondientes a 10 cm^3 de espíritu primitivo) en un matraz tarado de 100 cm^3, se agrega una cantidad tal de alcohol etílico, exento de metílico, que cuando el líquido se haya diluído hasta 100 cm^3 venga a contener exactamente 9 cm^3 de alcoholes totales y se completa el volumen. Sobre 1 cm^3 de la solución alcohólica así obtenida se verifica la determinación colorimétrica del alcohol metílico siguiendo las normas señaladas en la página 362.

2. MÉTODO GRAVIMÉTRICO.—Está basado en que por la acción de un exceso de solución de bicromato potásico y ácido sulfúrico, el alcohol metílico se oxida completamente para transformarse en agua y anhídrido carbónico, mientras que el alcohol etílico en virtud de la misma reacción se convierte en ácido acético. Pesando el anhídrido carbónico formado, se puede deducir la cantidad de alcohol metílico presente.

Aparatos.—Úsase una disposición semejante a la descrita para la determinación del carbono en el hierro por el método de Corleis (tomo I, pág. 224) que comprende:

1. Un matraz de 700-800 cm^3 de capacidad, donde se produce la oxidación, cuyo tapón esmerilado está formado por un refrigerante de reflujo provisto de dos tubos abductores que permiten hacer pasar por el matraz una corriente de aire (fig. 9, pág. 224, tomo I).

2. Un tubo en U lleno de cal sodada, para depurar el aire que penetra en el aparato.

3. Un tubo de Péligot, de ácido sulfúrico, y un tubo en U de cloruro de calcio, para desecar el anhídrido carbónico que se libera en el matraz.

4. Dos tubos en U que contienen sal sodada en la rama vuelta hacia el matraz y cloruro de calcio en la opuesta (o bien las comunes bolas de Geissler que se usan para el análisis elemental), para absorber el anhídrido carbónico que se desprende en la reacción.

5. Un tubo en U que en una rama contiene cloruro de calcio y en la otra cal sodada, para preservar los aparatos de absorción del anhídrido carbónico de la atmósfera y de la humedad del aspirador.

Reactivos.—Una solución de bicromato potásico y ácido sulfúrico, que se prepara disolviendo 30 gr de bicromato potásico purísimo, exento de substancias orgánicas, en 500 cm^3 de agua y 50 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado (1). La solución debe ser hervida por 1/4 de hora para destruir las substancias orgánicas que pueden hallarse presentes.

Modo de operar.—Se empieza por hacer pasar por el matraz. el refrigerante y los tubos desecadores una corriente de aire pur-

(1) Se comprobará la pureza de los reactivos mediante una prueba en blanco.

gada del anhídrido carbónico, y luego se pesan los tubos de absorción, y se insertan en el aparato.

Dilúyese convenientemente el alcohol en examen de manera que en 100 cm³ de líquido no estén contenidos más de 12 gr de alcoholes totales, y no más de 4 gr de alcohol metílico, y se introducen en el matraz, por medio del embudo unido al refrigerante, 25 cm³ exactos de alcohol así diluído. Lávase el embudo con un poco de agua, se introducen 500 cm³ de la solución crómica, enfriada a unos 5°, se cierra el embudo, se agita y se deja en reposo al menos por 4 horas.

Transcurrido este tiempo se enlaza el aparato a un aspirador, se hace pasar agua por el refrigerante, y se calienta el matraz muy cuidadosamente hasta la ebullición, prolongándola por 1 hora aproximadamente. Luego se apaga la llama, se hace pasar por el aparato durante ¼ de hora aproximadamente una corriente de aire algo intensa para expulsar completamente el anhídrido carbónico, y por fin se pesan los tubos de absorción. Multiplicando el anhídrido carbónico hallado por el factor 0,727 se obtiene la cantidad en peso de alcohol metílico contenida en los 25 cm³ de líquido usados, y dividiendo el valor obtenido por el peso específico del alcohol metílico (0,7964), resulta la cantidad en volumen.

Para referir los resultados al líquido en examen hay que hacer entrar en el cálculo la dilución producida en la eliminación de las substancias volátiles y la dilución provocada después.

EJEMPLO: Un espíritu, proveniente de la destilación de un licor, una vez eliminadas las substancias volátiles (después de haber sufrido una dilución de 1 : 2) contiene 23,58 gr de alcoholes totales en 100 cm³. Para ponerse en las condiciones requeridas para el experimento, es decir, para hacer de modo que en 100 cm³ de líquido no estén contenidos más de 12 gr de alcoholes totales, se toman 50 cm³ de líquido y se diluyen con agua hasta 100 cm³. Sobre 25 cm³ de la solución alcohólica así diluída se procede a la determinación: Anhídrido carbónico hallado 0,7001 gr. De este valor se deduce:

Alcohol metílico contenido en los 25 cm³ de líquido usados (0,7001 × × 0,727) : 0,5089 gr.

Alcohol metílico contenido en 100 cm³ del líquido usado (0,5089 × 4): 2,035 gr.

Alcohol metílico contenido en el líquido de que se eliminaron las substancias volátiles, teniendo en cuenta la dilución experimentada (2,035 × 2) : 4,07 gr.

Alcohol metílico contenido en el espíritu primitivo, teniendo en cuenta la dilución producida en la eliminación de las substancias volátiles (4,07 × 2) : 8,14 gr.

Alcohol metílico por ciento en volumen contenido en la muestra (8,14 : 0,7964) : 10,22.

A propósito de este método para la determinación del alcohol metílico en presencia de alcohol etílico, que es uno de los más exactos que se

han propuesto, hay que observar que una pequeñísima cantidad de anhídrido carbónico se forma también en la oxidación del alcohol etílico, y prácticamente se ha comprobado que en las condiciones del experimento, se forman precisamente 0,01 gr de anhídrido carbónico por cada gramo de alcohol etílico presente. El error que de aquí se deriva es muy exiguo, pero en determinaciones rigurosas es necesario tenerlo en cuenta y restar luego de la cantidad de anhídrido carbónico total la de anhídrido carbónico formado a expensas del alcohol etílico contenido en la solución. Como la cantidad de los dos alcoholes existentes se puede calcular con suficiente exactitud con las comunes tablas que sirven para la determinación del alcohol etílico por medio de la densidad de sus soluciones, se podrá introducir la corrección debida a la presencia del alcohol etílico usando la siguiente fórmula:

$$x = \frac{C - 0{,}01\ A}{1{,}365}$$

siendo A la cantidad total de alcoholes expresada en gramos, contenida en la parte alícuota usada para la determinación, C la cantidad de anhídrido carbónico hallada, x el alcohol metílico en gramos presente en los 25 cm^3 de líquido usados.

Hay que tener presente además que también otras substancias, que a menudo acompañan al alcohol etílico, como por ejemplo algunos alcoholes superiores, la acetona, las cetonas superiores, algunas esencias, etc., son oxidadas por la mezcla crómica con formación de anhídrido carbónico. Pero estas substancias son casi totalmenle eliminadas con el procedimiento antes indicado.

PARTE ESPECIAL

ALCOHOLES INDUSTRIALES

Como ya se ha indicado, los alcoholes industriales pueden ser brutos, rectificados o desnaturalizados.

Los alcoholes brutos son líquidos incoloros o amarillentos, a menudo ligeramente turbios, ordinariamente algo ácidos, de olor y sabor más o menos desagradable. Los alcoholes rectificados son por el contrario límpidos e incoloros, con olor y sabor de alcohol etílico, neutros o casi neutros, y diluídos con agua no se enturbian. En cuanto a los alcoholes desnaturalizados, son de ordinario amarillentos, o bien colorados si al desnaturalizante se le agregó alguna substancia colorante; el olor y el sabor están determinados por la presencia de los desnaturalizantes.

El análisis de los espíritus comerciales se lleva a cabo por los métodos generales ya descritos, advirtiendo también que de ordinario es inútil la determinación del extracto y de las cenizas y que la

determinación del peso específico puede hacerse también sobre el producto, sin destilación.

Investigación sumaria de las impurezas en general.—Siendo los ensayos descritos en los métodos generales para la rebusca de las impurezas ordinariamente largos y delicados y conviniendo a veces tener algún indicio sumario sobre la pureza de un alcohol, se puede recurrir como prueba preliminar a los ensayos cualitativos siguientes:

1. El ensayo de Liebig con la potasa, ya descrito antes a propósito de la investigación de los aldehidos (pág. 346).

2. El ensayo con el ácido sulfúrico, verificado sin previa eliminación de los aldehidos. Se mezclan en un ancho tubo de ensayo 10 cm^3 del alcohol en examen con 10 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado purísimo, y se calienta por algún tiempo en baño a 120°: si el alcohol es impuro el líquido pardea. En esta reacción los aldehidos dan una coloración bastante más intensa que los alcoholes superiores.

3. El ensayo con el permanganato. Para practicar esta prueba, se agregan a 50 cm^3 del alcohol en examen, 10 cm^3 de solución de permanganato potásico al 0,2 por 1000, y se observa en cuánto tiempo, a la temperatura de unos 18°, queda casi decolorado el líquido, o mejor toma un color salmón pálido. El alcohol purísimo emplea en ello aproximadamente $^3/_4$ de hora, mientras los alcoholes impuros emplean un tiempo bastante menor, y a veces pocos segundos.

TABLA XXX

Ejemplos de análisis de alcoholes industriales

CLASE	Alcohol en volumen %	IMPUREZAS VOLÁTILES mg en 100 cm^3 de alcohol anhidro					Coeficiente de impureza	AUTOR
		Ácidos	Éteres	Aldehidos	Furfurol	Alcoholes superiores		
Alcohol rectificado.	95,6	2,5	3,6	0,1	—	2,9	9,1	Girard y Cuniasse
Alcohol de industria de buena calidad .	—	2,5	1,8	—	—	—	4,3	Rocques
Alcohol fino de industria	96,5	1,8	2,4	—	—	—	4,2	Royal Comm. on Whisky and other potable spirits.
Alcohol rectificado.	95,8	1,5	2,5	—	—	2	6	Lab. Chim. Centr. Gabelle
Alcohol rectificado de calidad pasable	94,2	5	18,6	11,5	—	7,3	42,4	Girard y Cuniasse
Alcohol de industria mal rectificado. .	93	15	55	20	1,2	70	161,2	Lab. Chim. Centr. Gabelle

Los alcoholes brutos están caracterizados no sólo por el mal sabor, sino por una notable cantidad de impurezas volátiles y sobre todo por aldehidos en las fracciones más volátiles (productos de cabeza) y de alcoholes superiores en las menos volátiles (productos de cola).

Con la rectificación estas impurezas son casi completamente eliminadas, de suerte que mientras en los espíritus rectificados de calidad pasable el coeficiente de impureza oscila alrededor de 40 mg, en los bien rectificados, que contienen de 95 a 97 por 100 de alcohol en volumen, el coeficiente de impureza no llega a 10 mg. Estos espíritus no contienen generalmente ni aldehidos ni alcoholes superiores, pero el exiguo coeficiente de impurezas indicado está constituído principalmente por ácidos y éteres.

ACEITES AMÍLICOS

Compréndese bajo este nombre un grupo de substancias que se originan en las fermentaciones secundarias que acompañan a la alcohólica y que se obtienen en la rectificación del espíritu bruto.

Constituyen líquidos entre incoloros y amarillo obscuros, con olor a veces ingrato e irritante. Su peso específico oscila alrededor de 0,83 a 15° C y el punto de ebullición, tratándose de una mezcla de varios cuerpos, varía entre 80° y 160° C, pero obteniéndose un máximo de producto de destilación alrededor de 130°. Los principales componentes son alcoholes superiores de la serie grasa y principalmente alcohol amílico, alcohol isobutílico y alcohol propílico normal. Estos aceites no se mezclan con el agua.

Una determinación que conviene a menudo verificar en los aceites amílicos es la del contenido en alcohol.

Determinación del alcohol etílico en los aceites amílicos. — Empléase uno de los siguientes métodos:

a) 50 cm³ del aceite se agitan viva y prolongadamente con unos 150 cm³ de una solución acuosa al 20 por 100 de sal común. Déjase en reposo hasta separación de los dos estratos, y se quita el estrato acuoso para recogerlo en un matraz. Agítase nuevamente el estrato aceitoso con otros 50 cm³ de la solución salada y después de conveniente reposo se reúne este líquido acuoso con el del primer tratamiento y se destila el líquido total obtenido recogiendo 100 cm³ de destilado. De este destilado se calcula el contenido en alcohol, deduciéndolo del peso específico a 15° C. La cantidad de alcohol hallada, multiplicada por 2 dará la cantidad de alcohol presente en 100 cm³ del producto examinado.

b) Pésanse 50 gr del aceite y se vierten en un embudo separador graduado, de forma cilíndrica, de unos 300 cm³ de capacidad, lavando con unos 50 cm³ de agua el recipiente con que se ha hecho la pesada. Después se agregan 100 cm³ de agua y 30 cm³ de cumol (isopropilbenzol : punto de ebullición 165°-168° C y peso específico 0,884-0,890 a 15° C) y se agita vivamente por 3 minutos. Déjanse

separar los estratos y se recoge el estrato acuoso inferior en un matraz seco y tarado de unos 300 cm³ de capacidad. El líquido que queda en el embudo es de nuevo agitado vivamente con 20 cm³ de agua, y se reúne este líquido acuoso con el ya recogido en el matraz. Esta operación se repite por otras dos veces usando cada vez 20 cm³ de agua. Pésase entonces el matraz para conocer el peso del líquido acuoso así reunido, del cual, después de haberlo filtrado por filtro seco, se determina el contenido en alcohol en peso, deduciéndolo de su peso específico a 15°. De la cantidad de alcohol hallada en este líquido se deduce la relativa a 100 gr del aceite amílico ensayado.

EJEMPLO: El líquido acuoso obtenido de 50 gr de aceite amílico pesaba 210 gr y contenía, en relación con su peso específico, 1,6 por 100 de alcohol en peso. Por esto en los 210 gr de líquido acuoso estaban contenidos $210 \times 1,6 = 3,36$ gr de alcohol, y por lo tanto 100 gr del aceite amílico contienen 6,72 gr de alcohol.

AGUARDIENTES

El aguardiente es el producto que se obtiene de la destilación de los orujos y del vino, de modo que el espíritu destilado tenga una graduación que permita usarlo como comestible, es decir, alrededor de 50°

El análisis de los aguardientes comprende en general las diversas determinaciones que se efectúan en los espíritus (V. Métodos generales). En particular conviene a veces proceder a la investigación de algunas substancias vegetales con sabor acre y ardiente, como por ejemplo las diversas especies de pimienta, el jengibre, la mostaza, etc., que se suelen agregar a los aguardientes diluídos (a veces a menos de 30°) para comunicarles un aparente sabor alcohólico superior al real. El reconocimiento de estas substancias se lleva a cabo por el mismo procedimiento señalado para el vinagre (pág. 316) empleando 200-400 cm³ de aguardiente.

* * *

La *composición del aguardiente* respecto al *coeficiente de impureza* es muy variable, y depende especialmente del estado de conservación y de fermentación de los orujos de que proviene. En general este coeficiente es muy elevado, pues no desciende a menos de 350 mg y puede elevarse a 1800; pero en los aguardientes típicos oscila alrededor de 700-800 mg.

TABLA XXXI

Ejemplos de análisis de aguardientes

CLASE	Alcohol en volumen %	IMPUREZAS VOLÁTILES mg en 100 cm³ de alcohol anhidro					Coeficiente de impureza	AUTOR
		Ácidos	Éteres	Aldehídos	Furfurol	Alcoholes superiores		
Aguardiente de Auvernia . . .	49,7	72,4	272,7	266	1	243	855,1	Rocques
Aguardiente de Borgoña . . .	51,5	104,8	205,9	93	0,8	120	524,5	Rocques
Aguardiente portugués . . .	50	259,2	549,1	100	0,5	100	1008,8	Mastbaum y Cardoso Pereira
Aguardiente del Piamonte . . .	42,57	250	452	47	pres.	453	1202	Labor. Chim. Centr. Gabelle
Aguardiente del Piamonte . . .	43,66	26	192	24	pres.	380	622	Labor. Chim. Centr. Gabelle

COÑAC

El Coñac es el aguardiente destilado del vino de modo que contenga todavía las diversas substancias volátiles que constituyen gran parte del aroma del mismo vino, y conservado y envejecido por más o menos tiempo en pipas de madera (roble); en esta operación adquiere, por disolución de las substancias extractivas de naturaleza tánica de la madera, el conocido y característico color ambarino.

El análisis del coñac se verifica siguiendo los métodos generales precedentemente descritos; en ciertos casos puede ser también necesaria una investigación de las materias colorantes, que se verifica por los métodos indicados a continuación:

Investigación de las materias colorantes.—El color amarillento del coñac es debido, como se ha dicho, a materias tánicas provenientes de la madera, las cuales pueden reconocerse, en general, por las coloraciones que dan con el cloruro férrico, o por el precipitado que dan, una vez evaporado el alcohol, con una solución de gelatina. Para tener un indicio acerca de si el tanino procede del roble se puede efectuar el siguiente ensayo: a 10 cm³ del líquido en examen se agrega gota a gota y sin agitar una solución de 5 gr de sulfato de hierro y 5 gr de cloruro férrico en 100 cm³ de agua. Si el tanino es de roble se obtendrá una coloración negro azulada.

El color del coñac puede ser debido también a la adición de otras substancias y particularmente de caramelo o de colores orgánicos artificiales.

El *Caramelo* se puede descubrir por la siguiente reacción de Amthor. A 10 cm³ del aguardiente se agregan 30-35 cm³ de paraldehido y unos 15-25 cm³ de alcohol absoluto para que los dos líquidos se mezclen; y se deja en reposo por 24 horas. El caramelo, si existe, se deposita sobre las paredes del recipiente y queda adherido a ellas. Entonces se tira el líquido, se trata con agua el residuo insoluble, y la solución acuosa se concentra al baño maría hasta 1 cm³ aproximadamente, se filtra y se calienta con una solución de fenilhidracina (2 gr de clorhidrato de fenilhidracina y 3 gr de acetato sódico en 20 gr de agua): un precipitado amarillo obscuro, soluble en el amoníaco y que vuelve a precipitar en forma de copos cuando su solución amoniacal se trata con ácido clorhídrico diluído, sirve para confirmar la presencia del caramelo.

Para investigar si el coñac está teñido con *Colores orgánicos artificiales*, se evapora el alcohol, se agrega amoníaco y se extrae con alcohol amílico; evaporado este alcohol, quedan los colorantes, que se pueden reconocer por sus reacciones características y con ensayos de tintura sobre lana, en solución ácida o alcalina (V. también el Cap. Vino y el Cap. Substancias colorantes).

* * *

En cuanto a la *composición del coñac* se observa lo siguiente:

Mientras el aguardiente originario destilado del vino, que sirve para la producción del coñac es generalmente de 60 a 70°, la *graduación alcohólica* de los coñacs comunes del comercio es por término medio de 45 a 50°, porque durante el envejecimiento del mismo aguardiente en los toneles de madera, el principal fenómeno físico que se verifica es la diminución del grado alcohólico, diminución que está en estrecha relación con la temperatura del ambiente, con la naturaleza del tonel y con sus dimensiones. Con barriles de roble nuevos, de 500-600 litros de capacidad, se observó en la Charente (1), en un ambiente a la temperatura media de 15°, una diminución de grado alcohólico en el primer año de 8,75 por 100; en el 2.° y en el 3.er año, de 5 por 100; en el 4.° y el 5.°, de 3,75 por 100, y en los años sucesivos de 2,5 por 100.

El *extracto* del coñac, haciendo caso omiso de las pequeñas cantidades de azúcares (unos 10 gr por litro) que a veces se suelen agregar al coñac, varía entre 0,5 y unos 3-4 gr por litro en los productos muy envejecidos; está constituído esencialmente por las substancias extractivas de naturaleza tánica provenientes de la madera del tonel.

Los coñacs genuinos son generalmente ricos en impurezas volátiles, y de aquí que su *coeficiente de impureza* permita distinguirlos de los no genuinos, preparados con alcohol industrial rectificado. Este coeficiente de impureza es generalmente superior a 300 mg y en los productos muy envejecidos puede ascender a 600-700 mg.

---

(1) Rocques, *Eaux-de-vie*, 1913, pág. 88.

Muy importantes son las modificaciones químicas que van verificándose en el coñac durante su envejecimiento, en las condiciones expuestas, respecto a la composición del coeficiente de impureza. Estas modificaciones se pueden resumir así: El coeficiente de impureza va siempre aumentando, especialmente por el incremento de los productos de oxidación, es decir, de los ácidos y de los aldehidos. Los éteres y los alcoholes superiores no experimentan cambios muy notables, y sólo hay que observar que su proporción va aumentando conforme va decreciendo la graduación alcohólica del líquido. Su suma en los buenos coñacs oscila entre 250 y 350 mg por litro y en ella los alcoholes superiores muy rara vez se hallan por debajo de los 100 mg. Además, según Rocques, la razón entre alcoholes superiores y éteres en los coñacs genuinos bien preparados se mantendría próxima a la unidad, estando comprendida entre 1 y 2; pero hay buenos productos comerciales en los cuales esa razón es muy superior a esta cifra y puede llegar o pasar de 3, y en cambio puede descender muy por debajo de la unidad en los productos adicionados de esencias artificiales, que están principalmente formadas de éteres.

Además de estas consideraciones que pueden ser utilizadas en la apreciación de la calidad de un coñac, Lusson ha emprendido también el examen del llamado *Coeficiente de oxidación*, que estaría representado por la proporción en que los productos de oxidación (ácidos y aldehidos) entran en la constitución del coeficiente de impureza. Ese coeficiente de oxidación crece, como es sabido, con el envejecimiento del producto y por lo tanto podría ser utilizado en algún caso analítico. Según Lusson dicho coeficiente, al menos para los coñacs franceses, oscilaría alrededor de 10 en los productos recién destilados y aumentaría hasta 36 en los productos muy viejos; un coeficiente mayor indicaría que los productos examinados no son genuinos.

De cuanto se ha expuesto respecto al *coeficiente de impureza* de los coñacs genuinos, resulta evidente que es posible diferenciarlos de los demás productos espirituosos que se entregan al comercio bajo el nombre de coñac y que están preparados con alcoholes industriales. En estos productos, o *coñacs artificiales*, el coeficiente de impureza es muy bajo, muy a menudo casi nulo, por tratarse simplemente de espíritus bien rectificados, diluídos con agua, algo edulcorados y perfumados con azúcar y vainilla y teñidos convenientemente. A veces en la preparación de estos productos también se emplean esencias, y en tales casos el coeficiente de impureza está constituído principalmente por éteres.

Pero hay que advertir que hoy se hallan en el comercio curtientes especiales para fabricar coñac (*bonifacteurs*), que estando constituídos por una mezcla en convenientes proporciones de productos sintéticos, como aldehidos, éteres, alcoholes superiores, pueden al adicionarlos al alcohol rectificado, darle una composición semejante a la del coñac genuino, conduciendo en la apreciación a conclusiones erróneas. En fin, el coeficiente de impureza no puede a veces servir para distinguir el coñac y en general los aguardientes obtenidos con alcohol bruto; pero en tal caso la degustación permite llegar a deducciones bastante acertadas.

En la tabla XXXII se han recopilado algunos ejemplos de análisis de coñacs genuinos, practicados por diversos autores.

TABLA XXXII

Ejemplos de análisis de coñac

CLASE	Alcohol en volumen %	Extracto ‰	IMPUREZAS VOLÁTILES mg en 100 cm³ de alcohol anhidro					Coeficiente de impureza	AUTOR
			Ácidos	Éteres	Aldehidos	Furfurol	Alcoholes superiores		
Coñac francés. .	51,5	12,36	149	133,2	25,5	1,6	166,3	475,5	Girard y Cuniasse
Coñac grande Champagne, 1834	45,0	10,60	234,6	74,3	44,7	1,9	347,7	703,2	Íd.
Coñac, tipo 1873.	59,0	1,80	138,3	120,2	40,1	2,5	304,6	605,7	Rocques
Coñac francés del comercio de	47,3	5,16	87,5	109,1	23,7	3	160,0	383,3	Íd.
buena calidad .	46,8	6,68	96,1	110,9	23,7	2,5	152,0	385,2	Íd.
Íd. íd.	43,0	18,56	57,2	105,6	20,0	2,5	162,5	347,8	Íd.
Coñac francés de grande marca .	46,90	10,2	30,0	117,0	20,0	1,8	251,0	419,8	Lab. Chim. C.le Gabelle
Íd. íd.	47,56	9,5	51,7	96,3	22,0	2,0	224,0	396,0	Íd.
Coñac francés de grande marca, de 70 años . . .	43,17	12,6	75	159,0	40,5	1	497,0	772,5	Íd.
Coñac Coneglia-no (1891)	48,4	—	89	161,9	11,7	0,4	234	496,9	Meloni (1891)
Coñac siciliano .	45,3	—	161	119,6	10,4	1,1	252,8	544	Meloni
Coñac siciliano .	45,53	8,90	20,0	201,8	37,2	0,7	226	485,7	Lab. Chim. C.le Gabelle
Coñac sardo . . .	48,15	2,08	79	199	23,8	1,5	249	552,3	Íd.
Coñac piamontés	49,50	14,5	29,0	99,6	57,5	2,9	332,0	521,0	Íd.

RON

El ron se obtiene por destilación del zumo fermentado de la caña de azúcar o más frecuentemente de las melazas del azúcar de caña. Es un líquido de color amarillo obscuro o rojizo, de sabor y olor especiales. El análisis del ron se lleva a cabo siguiendo los métodos generales ya descritos. Es además necesaria la investigación de las

materias colorantes extrañas (caramelo y colores de anilina), que se practica como se ha dicho para el coñac; y además, si el extracto está en cantidad considerable, es también necesaria una determinación de los azúcares y especialmente de la sacarosa y del azúcar invertido, la cual se verifica como se indicará para los licores.

* * *

En la tabla XXXIII se han reunido algunos ejemplos de análisis de ron genuinos, practicados por diversos autores.

TABLA XXXIII

Ejemplos de análisis de ron

CLASE	Alcohol en volumen %	Extracto ‰	IMPUREZAS VOLÁTILES mg en 100 cm³ de alcohol anhidro					Coeficiente de impureza	AUTOR
			Ácidos	Éteres	Aldehídos	Furfurol	Alcoholes superiores		
Ron Martinica. .	55,5	3,92	242,1	130,2	18,3	1,3	96,2	488,9	Girard y Cuniasse
Ron Jamaica viejo	52,0	4,80	251,5	382,0	19,0	4,8	44,9	702,2	Rocques
Ron Martinica. .	58, 2	—	265,2	542,1	20,0	1,5	26,3	855,1	Simon
Ron Martinica. .	54,1	—	103,4	88	20,0	3,7	340,0	555,1	Simon
Ron Martinica. .	56,7	—	73,2	49,3	15,4	1,0	170,0	308,9	Simon
Ron Martinica (de melazas). .	—	—	201,3	443,0	92,0	8,8	67,5	813,1	Bonis
Ron Martinica (de zumo de caña)	—	—	83,4	68,6	18,6	1,8	214,0	380,4	Bonis
Ron de Guadalupe	59,4	10,56	78,2	36,9	32,1	1,4	304.0	452,6	Sanarens
Ron de Reunión	60,3	—	177,6	70,4	15,6	1,4	224,0	489,0	Rocques
Ron Jamaica . .	—	—	76,5	397,3	28,7	6,3	162,6	671,4	Royal Commission on Whisky and other potable Spirits
Ron Jamaica . .	—	—	59,6	93,5	24,3	3,1	145,0	325,8	

El *grado alcohólico de los ron genuinos* varía ordinariamente de 50° a 80°, pero cuando tiene una graduación tan alta se la suele reducir algo

antes de entregarlo al consumo; en el comercio ordinariamente se cotiza el ron Jamaica a base de 74° y el de las Colonias francesas a la de 54°.

El *coeficiente de impureza* de los ron genuinos, aunque siempre considerable, varía notablemente con el origen y el modo de preparación. Según análisis de Simon (1) los ron genuinos de la Martinica presentan un coeficiente de impureza que varía entre un mínimo de 300 y un máximo de 860, y según Bonis (2), que también se ha ocupado en el análisis de los ron genuinos de la Martinica, el coeficiente de impureza oscila entre los límites señalados, encontrándose los valores mínimos en los productos procedentes de la destilación del zumo fermentado de la caña de azúcar, y los máximos en los obtenidos por destilación de las melazas. El coeficiente de impureza del ron permite de ordinario distinguirlo de los ron encabezados con alcohol rectificado, y de los de fantasía obtenidos aromatizando el alcohol industrial y adicionándolo de un poco de azúcar y de materia colorante (ordinariamente caramelo).

AGUARDIENTES DE FRUTA

Entre los aguardientes de fruta más importantes figuran los de fruta de hueso, como el *Kirsch* o aguardiente de cerezas o de guindas que se obtiene destilando estas frutas fermentadas, ya dejadas enteras, ya aplastadas, y el *Quetsch*, el *Zwetschenbranntwein* y el *Slivovitz*, obtenidos de las ciruelas. Entre los aguardientes de otros frutos bastará recordar el *Aguardiente de sidra*, que es el producto de la destilación de las heces de esta bebida.

Los métodos de análisis de estos aguardientes son los mismos expuestos para los otros, pero debe agregarse para los aguardientes de fruta de hueso, el reconocimiento y determinación del ácido cianhídrico y del aldehido benzoico, y en algunos casos la rebusca del nitrobenzol. Los métodos para tales investigaciones son los siguientes:

1. **Reconocimiento y determinación del ácido cianhídrico.**—El reconocimiento y la determinación cuantitativa del ácido cianhídrico se pueden verificar de las siguientes maneras:

A) RECONOCIMIENTO CUALITATIVO.—a) *Ácido cianhídrico libre.*—En un tubo de ensayo se tratan unos 5 cm³ del líquido en examen con algunas gotas de tintura alcohólica de guayaco (0,1 gr de resina en 50 cm³ de alcohol y 50 cm³ de agua) recién preparada, y con dos gotas de solución diluidísima de sulfato de cobre (1 por 1000) y se agita: si existe ácido cianhídrico, el líquido se tiñe de azul. Si apareciese la coloración antes de adicionar cobre, significaría que junto con el ácido cianhídrico, el aguardiente contiene también cobre.

b) *Ácido cianhídrico combinado.*—En un tubo de ensayo se tratan unos 5 cm³ del aguardiente con algunas gotas de solución de

(1) *Ann. des Falsifications*, 1909, pág. 394.
(2) *Ann. des Falsifications*, 1909, pág. 521.

sosa cáustica al 10 por 100, hasta alcalinizarlos, se deja en reposo por 3-5 minutos y después se acidifica ligeramente con ácido acético. Procédese entonces como se ha dicho en *a*. Si en el aguardiente, además del ácido cianhídrico libre, existía ácido cianhídrico combinado, aparecerá una coloración azul más intensa que la obtenida en el ensayo del ácido cianhídrico libre.

B) DETERMINACIÓN CUANTITATIVA. — El ácido cianhídrico se encuentra en los aguardientes de fruta de hueso, en parte libre, y en parte combinado con el benzaldehido (cianhidrina). Para determinarlos separadamente se procede ante todo a una determinación del ácido cianhídrico libre, y después se determina el total, y se deduce el combinado por diferencia.

Para determinar el *Acido cianhídrico libre* se procede así: 100 cm³ de aguardiente se vierten en un matraz de 300 cm³, se agrega un exceso conocido de una solución valorada de nitrato de plata (se emplea una solución $\frac{1}{50}$ normal, de la cual 1 cm³ corresponde a 0,00054 gr de HCN, o bien una solución que contenga 3,149 gr de $Ag\,NO_3$ por litro, de la cual 1 cm³ = 0,0005 gr de HCN), se diluye con agua hasta la señal de 300 cm³, se agita, se deja sedimentar y se filtra con un filtro seco. Del filtrado se toman 100 cm³, se acidulan ligeramente con ácido nítrico, se agregan 5 cm³ de una solución de alumbre de hierro saturada en frío y se valora el exceso de plata con una solución de tiocianato amónico (de título correspondiente al del nitrato de plata empleado), hasta aparición de la coloración rosa. La diferencia entre el volumen de nitrato de plata empleado y el triplo del de tiocianato requerido, da el número de centímetros cúbicos de nitrato de plata correspondientes al ácido cianhídrico contenido en los 100 cm³ de aguardiente, y de él es fácil deducir la cantidad de ácido cianhídrico correspondiente.

El *ácido cianhídrico total* se determina de modo análogo al descrito, pero después de haber descompuesto la cianhidrina del benzaldehido. A tal fin, a 100 cm³ de aguardiente, vertidos como precedentemente en un matraz de 300 cm³, se agrega primero amoníaco hasta reacción fuertemente alcalina, luego un exceso medido de la solución de nitrato de plata; se agita y se acidifica en seguida con ácido nítrico diluído; dilúyese hasta el enrase y sobre una parte alícuota del filtrado se procede como para la determinación del ácido cianhídrico libre.

El *Acido cianhídrico combinado* viene dado por la diferencia entre el libre y el total, y de él se puede deducir la cantidad de *Cianhidrina del benzaldehido* que le corresponde: 1 gr de HCN combinado corresponde a 4,92 gr de cianhidrina.

Los métodos descritos para la determinación del ácido cianhídrico libre y total no pueden aplicarse cuando el aguardiente en

examen contiene cloruros, como puede suceder si fué diluído con agua que los contenía. En tal caso el ácido cianhídrico total se puede determinar destilando 100 cm³ de aguardiente y recogiendo al menos los ³/₄ (que contienen todo el ácido cianhídrico presente) en una solución diluida de nitrato de plata de título conocido; dilúyense luego hasta un volumen determinado, fíltrase, y en una parte alícuota del filtrado se valora el exceso de plata con el tiocianato del modo ya descrito. En cuanto al ácido cianhídrico libre, en presencia de cloruros, deberá determinarse colorimétricamente del siguiente modo: prepárase una solución de cianuro potásico de unos 0,05 por 1000 y se determina su título exacto en HCN mediante una valoración con nitrato de plata y tiocianato amónico. Pónense luego en diversos tubos de ensayo, volúmenes de esta solución, que diluídos hasta 10 cm³, den soluciones que contengan de 2 a 10 mg (y si conviniere más) de HCN por litro, creciendo de 2 en 2 mg, y se les agrega una gota de ácido acético diluído. En otro tubo de ensayo se pone 10 cm³ del aguardiente en examen. En cada tubo se vierten luego 3 gotas de la tintura de guayaco (0,1 gr de resina en 50 cm³ de alcohol y 50 cm³ de agua) y dos gotas de solución al 1 por 1000 de sulfato cúprico. Mézclase volviendo una sola vez el tubo cerrado, y se confronta la intensidad de color del ensayo verificado sobre el aguardiente con el de las diversas soluciones de título conocido. Así se podrá deducir, con suficiente aproximación, el título del aguardiente en ácido cianhídrico libre.

Estos métodos están indicados en los *Met. Uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C.*

2. Determinacion del aldehido benzoico.—Esta determinación se lleva a cabo por el siguiente método de Cuniasse y Raczkowksi (1). Destílanse 200 cm³ de aguardiente, alcalinizados con algunas gotas de potasa cáustica, y se recoge todo lo posible del destilado en un matraz de medio litro aproximadamente de capacidad: se agregan 3-4 cm³ del reactivo de Fischer preparado recientemente y con productos puros (2 gr de clorhidrato de fenilhidracina y 3 gr de acetato sódico en 20 gr de agua destilada), se agita y se diluye con agua hasta el volumen de unos 400 cm³. Déjase reposar aproximadamente por dos horas en lugar fresco, se filtra y se lava el precipitado en el filtro con agua fría adicionada de un poco de alcohol; luego se disuelve el precipitado en el mismo filtro con alcohol absoluto, del cual se agregan, en varias veces, unos 10 cm³ cada vez, hasta disolución completa, y se recoge la solución alcohólica en una cápsula de vidrio tarada. Evapórase el alcohol en el vacío y se pesa el residuo, formado por la bencilidenfenilhidracina, cuyo peso, multipli-

(1) *Monit. scient.* 1894, pág. 915.

cado por 0,54 da el benzaldehido contenido en los 200 cm³ de aguardiente empleados, que se refiere luego a 1 litro (1).

Este método está indicado en los *Met. Uff. dei Labor. del Min. di A. I. e C.*

3. Reconocimiento del nitrobenzol.—Para revelar la presencia del nitrobenzol basta reducirlo con zinc y ácido clorhídrico, liberar la anilina mediante un álcali, extraerla con éter y reconocerla por sus reacciones especiales, por ejemplo:

a) La solución acuosa da con el hipoclorito de calcio una coloración rojo-violeta, que con el tiempo se vuelve rosada.

b) La solución en ácido sulfúrico concentrado, adicionada de una gota de solución de bicromato potásico, se tiñe de azul.

c) La solución ácida se tiñe de azul por la adición de una pequeña cantidad de clorato potásico.

***

El *Kirsch* tiene generalmente un *grado alcohólico* alrededor de 50°.

El estudio del *coeficiente de impureza* de estos productos revela que éste es muy variable, pudiendo pasar de un mínimo de 350 mg a más de 1500 mg, con fuerte preponderancia de los éteres sobre los alcoholes superiores, por lo cual la razón alcoholes superiores : éteres es siempre inferior a la unidad, sucediendo pues lo contrario que con la composición de los aguardientes de vino. Lo mismo sucede con los aguardientes de sidra.

El *ácido cianhídrico* es un componente característico del kirsch, y se halla presente en una cantidad mínima de 20 mg por litro, pudiendo subir hasta 90 mg. Este ácido en los kirsch recién destilados se halla en su mayor parte en estado libre, y con el envejecimiento del producto tiende a combinarse.

En el comercio se encuentran también *kirsch preparados* ya destilando una mezcla de alcohol neutro con zumo fermentado de cerezas, ya destilando esos frutos dejados fermentar en presencia de azúcar. La distinción de estos productos no es fácil analíticamente, y depende de la proporción de las substancias agregadas.

Por el contrario, pueden reconocerse los *productos de fantasía*, obtenidos aromatizando alcohol comercial, porque en general no contienen o contienen muy poco ácido cianhídrico, y en cambio son ricos en aldehido benzoico. Hay que advertir, no obstante, que se preparan, aunque raramente, kirsch y productos análogos adicionando al alcohol agua de almendras amargas o de laurel cerezo, y en tal caso también está presente el ácido cianhídrico. Los productos de fantasía están en general preparados con alcohol rectificado y de aquí que tengan un pequeño coeficiente de impureza, y no contengan o contengan apenas pequeñas cantidades de alcoholes superiores.

---

(1) Si el aguardiente contiene pequeñas cantidades de substancias extractivas, se puede proceder también del siguiente modo: 100 cm³ del aguardiente se pasan a un matraz de unos 400 cm³ y se agregan 2 cm³ del reactivo de Fischer. Se agita, se agregan 200 cm³ de agua y al cabo de dos horas se filtra prosiguiendo el tratamiento del precipitado en la forma expuesta.

Desde el punto de vista *higiénico* se exige de ordinario que los kirsch, y en general los aguardientes de fruta de hueso, no contengan más de 0,05 por 1000 de ácido cianhídrico total, que no estén adicionados de nitrobenzol, y que no contengan metales nocivos. Pero debe advertirse que pequeñas cantidades de *cobre* casi siempre las contiene el kirsch (puede tolerarse hasta 0,04 por 100), como también que alguna vez se hallan vestigios de *zinc*.

TABLA XXXIV

Ejemplos de análisis de aguardientes de fruta

CLASE	Alcohol en volumen %	Extracto ‰	IMPUREZAS VOLÁTILES mg en 100 cm³ de alcohol anhidro					Coeficiente de impureza	AUTOR
			Ácidos	Éteres	Aldehídos	Furfurol	Alcoholes superiores		
Kirsch . . .	45,3	2,16	100,6	209,8	8,5	0,3	110,3	429,5	Girard y Cuniasse
Kirsch . . .	49,9	1,64	51,0	184,0	8,0	0,3	89,2	341,1	Saglier
Kirsch . . .	49,5	—	133,2	411,8	6,9	0,2	162,0	714,1	Rocques
Kirsch . . .	50,2	—	171,6	337,9	14,1	0,6	175,0	699,6	Rocques
Kirsch de guindas . . .	55,2	—	141,0	266,0	12,0	0,5	140,0	559,5	Roux y Bonis
Quetsch de Saumur . .	60,5	0,76	63,0	155,0	26,0	1,8	288,0	533,8	Riche
Slivovitz húngaro . . .	50,06	0,54	105,4	123,4	7,6	1,2	30,6	268,2	Mausfeld
Quetsch . . .	48	—	316,2	536,8	8,1	0,1	311,1	1172,3	Rocques
Quetsch . . .	47,1	—	374,7	368,7	6,4	0	210,0	959,8	Rocques
Aguardiente de sidra . .	48,5	1,28	163,2	235,8	61,5	1,6	172,1	631,2	Girard y Cuniasse
Aguardiente de sidra . .	64,9	0,14	25,9	639,6	16,0	0,8	169,8	852,1	Rocques
Aguardiente de sidra . .	68,6	0,39	99,6	398.3	20,0	0,9	103,0	621,8	Rocques
Aguardiente de peras . .	65,5	1,20	84,2	274,0	7,6	0,4	299,5	665,7	Rocques
Aguardiente de peras . .	63,7	0,42	96,0	506,4	12,6	0,6	136,0	751,6	Rocques

En los *aguardientes de ciruelas* el coeficiente de impureza es siempre muy elevado. El ácido cianhídrico lo contienen estos aguardientes en proporción menor que los kirsch.

También los *aguardientes de sidra* tienen siempre muy elevado el coeficiente de impureza, que puede ir de 450 a 800 mg. Como se ha dicho a propósito del kirsch, los éteres constituyen una fuerte proporción de este coeficiente, al contrario de los alcoholes superiores, por lo que resulta muy baja la razón alcoholes superiores : éteres.

AGUARDIENTES DE CEREALES

Los más importantes son el *Whisky* y el *Gin*. Con el nombre de *Whisky* se entienden los productos de la destilación de los mostos fermentados obtenidos por la sacarificación, mediante diastasas, de diversos cereales. Los buenos whisky se preparan sometiendo a una parcial rectificación el primer destilado. El *Gin* se obtiene de modo análogo al whisky, pero introduciendo en las calderas de destilación bayas de enebro. Por lo tanto, el gin, además de las impurezas comunes del alcohol, contiene aceite esencial de enebro.

El análisis de estos productos se lleva a cabo por los Métodos generales descritos.

* * *

En la siguiente tabla están expuestos algunos análisis de whisky y de gin genuinos.

TABLA XXXV **Ejemplos de análisis de whisky y gin**

CLASE	Alcohol en volumen %	Extracto ‰	IMPUREZAS VOLÁTILES mg en 100 cm³ de alcohol anhidro					Coeficiente de impureza	AUTOR
			Ácidos	Éteres	Aldehidos	Furfurol	Alcoholes superiores		
Whisky . . .	47,6	2,52	65,5	52,8	20,0	0,4	188,0	326,7	Rocques
Whisky de 4 años. . . .	—	—	27,3	39,6	8,3	1,1	337,8	414,1	Royal Com. on Whisky and other potable spirits
Whisky de 10 años. . . .	—	—	68,4	41,5	11,0	1,5	361,8	484,2	
Whisky (Escocia)	49,40	2,34	31,5	93,0	9,8	3,3	300.0	437,6	Íd.
Gin	40,7	—	57,7	98,0	12,2	1,7	157,5	327,1	Íd.
Gin	43,4	—	10,5	105,0	1,7	1,7	105,0	223,9	Íd.
Gin	47,5	0,52	40,4	18,5	9,9	0,3	27,9	97,0	Girard y Cuniasse

LICORES

Se da el nombre de *Licores* a las bebidas alcohólicas, con o sin azúcares, aromatizadas mediante esencias o con zumos de plantas aromáticas.

La composición puede ser variabilísima, pero en general se pueden dividir en *Licores sin azúcar*, de los cuales es tipo el *Ajenjo*; *Licores con azúcar y substancias amargas*, y *Licores comunes*, que contienen azúcares y aceites esenciales o extractos vegetales.

Además de los reconocimientos y determinaciones indicadas en los métodos generales (a proposito de los cuales debe recordarse que la degustación, la determinación del peso específico y los ensayos relativos a las impurezas volátiles y a los desnaturalizantes deberán hacerse sobre el destilado, privado si conviene de los aceites esenciales), el análisis de los licores comprende también los siguientes ensayos:

1. Determinación de los azúcares.—Ordinariamente los licores contienen solamente sacarosa; pero en algún caso pueden contener también azúcar invertido, y a menudo glucosa de fécula.

Por esto se procede ante todo a un ensayo cualitativo con el líquido de Fehling, empleando algunos centímetros cúbicos del licor en examen (después de evaporado el alcohol y clarificado con el acetato de plomo el líquido acuoso remanente); si no hay reducción, se determina la sacarosa mediante el sacarímetro. Pero si el ensayo cualitativo demuestra la presencia de azúcares reductores, se determinará la sacarosa por inversión, mediante la fórmula de Clerget, y los azúcares reductores con el líquido de Fehling, procediendo según lo indicado a propósito de los azúcares (V. tomo II, Cap. Azúcares, Métodos generales).

2. Rebusca de las substancias dulcificantes artificiales.—Las substancias dulcificantes que se deben especialmente rebuscar en los licores, sobre todo si son pobres en azúcares, son la sacarina (imida sulfobenzoica $C_6H_4 \langle \begin{matrix} CO \\ SO_2 \end{matrix} \rangle NH$) y su sal sódica o cristalosa, y la dulcina o sucrol (parafenetolcarbamida,

$$CO\,(NH_2)\,NH\,.\,C_6H_4.\,OC_2H_5).$$

A) Reconocimiento de la sacarina.—Para revelar la presencia de la sacarina conviene ante todo proceder a su extracción. A tal fin se elimina el alcohol calentando 100 cm³ del licor en examen al baño maría (1); el líquido residuo se diluye de nuevo con agua

(1) Si el licor fué preparado con infusos o extractos vegetales puede convenir a veces proceder a una defecación, para facilitar la extracción de la sacarina y evitar la formación de la emulsión. A tal fin el líquido, privado como se

hasta 100 cm³, se pasa a un embudo de llave, se acidula con 10 cm³ de ácido fosfórico diluído (1 : 3), y se sacude varias veces con 100 cm³ de una mezcla en volúmenes iguales de éter y éter de petróleo que hierva a menos de 70°, o bien de una mezcla, también en volúmenes iguales, de éter y de benzol. Déjase en reposo por unas 12 horas, vuelve a sacudirse tres o cuatro veces, déjanse separar los dos estratos y se da salida al líquido acuoso ácido. Déjase en reposo por algún tiempo el líquido etéreo, sacúdese algo el embudo para que las gotículas acuosas ácidas que mojan sus paredes se recojan debajo del líquido etéreo, y se puedan separar de él lo más completamente posible. Agréganse al líquido etéreo 2-3 cm³ de agua destilada, con los cuales se agita fuertemente; se separa el agua con las precauciones señaladas. Fíltrase el líquido etéreo así lavado con un filtro pequeño, y se recoge en un matraz, lavando el embudo de llave y el filtro con un poco de la mezcla etérea mencionada.

Si se quiere extraer más completamente la sacarina, es conveniente repetir sobre el líquido ácido la extracción por una o dos veces, empleando cada vez 50 cm³ de la mezcla etérea; pero debe advertirse que ni aun así se logra extraer toda la sacarina contenida en el líquido acuoso.

De los líquidos obtenidos precedentemente y reunidos se destila la mayor parte del disolvente, se pasa el residuo a una cápsula, lavando el matraz con un poco del destilado y se evapora al baño maría a suave calor. El residuo así obtenido se disuelve en caliente con un poco de agua destilada, y se trata con una solución aproximadamente normal de permanganato potásico, que se agrega poco a poco, a fin de destruir las substancias extrañas que pueden haberse extraído junto con la sacarina. La adición del permanganato se prosigue hasta que el líquido toma una coloración rosa persistente aun después de largo contacto, manteniendo siempre durante el tratamiento la temperatura de la mezcla a unos 100° C.

El líquido acuoso así obtenido se filtra y acidula con algunas gotas de ácido fosfórico diluído, y después se extrae repetidamente con 50 cm³ de éter sulfúrico.

Los líquidos etéreos así obtenidos se juntan y se lavan dos veces con 2-3 cm³ de agua destilada cada vez, procediendo como se ha

---

ha dicho del alcohol, se calienta a la ebullición y se acidula netamente con una veintena de gotas de ácido acético concentrado, luego se agita y se enfría en corriente de agua. Al líquido así enfriado se agregan 10 cm³ de una solución al 20 por 100 de acetato neutro de plomo, se abandona por media hora y se elimina el exceso de plomo con 20 cm³ de una solución en partes iguales y al 20 por 100 de sulfato y fosfato sódico. Déjase posar el precipitado formado y luego se filtra, y sobre el líquido así obtenido, acidificado con ácido fosfórico diluído, se prosigue el tratamiento indicado para la investigación de la sacarina. Si se trata de una determinación cuantitativa, se tendrán en cuenta los volúmenes obtenidos, operando por fin sobre una parte alícuota.

indicado precedentemente. Por fin el líquido etéreo así lavado se filtra con un filtro pequeño, seco, recogiendo el filtrado, junto con algunos centímetros cúbicos de éter que se emplean para lavar el filtro, en una cápsula de vidrio tarada, se evapora al baño maría a suave calor y se pesa el residuo.

Este residuo se identifica luego como sacarina mediante los siguientes ensayos:

a) En primer lugar por el sabor dulce especial muy persistente.

b) Por el punto de fusión, si está en cantidad suficiente para ser recristalizada. El punto de fusión de la sacarina perfectamente pura es de 223°-224° C, pero la comercial y la que se obtiene mediante los tratamientos indicados, si no ha sido bien recristalizada, funde a una temperatura algo más baja.

c) Transformándola en ácido salicílico. A este fin se agrega a parte del residuo un poco de solución concentrada de hidrato sódico (no de potasa), se evapora el agua y luego se calienta por media hora a 250° C en baño de aceite o de parafina. Déjase luego enfriar, trátase con agua, acidifícase con ácido sulfúrico y se extrae con éter el ácido salicílico así formado, el cual se reconoce en el residuo de la evaporación del éter mediante la característica coloración violeta que da en presencia de algunas gotas de solución diluída de cloruro férrico.

d) Comprobando la existencia del azufre. Una porción del residuo se calienta hasta fusión tranquila con la cantidad conveniente de una mezcla de carbonato sódico seco y nitro puros. El producto obtenido se disuelve en agua, se acidifica con ácido clorhídrico diluído y se ensaya con el cloruro de bario.

B) RECONOCIMIENTO DE LA DULCINA.—Para descubrir la dulcina o sucrol se emplea el siguiente método: Mézclanse 100 cm³ del licor que se haya de analizar con unos 5 gr de carbonato de plomo y se evapora a suave calor hasta obtener una papilla a la que se agrega en seguida alcohol concentrado; sepárase el líquido alcohólico y se lava repetidamente el residuo con alcohol. Los líquidos alcohólicos reunidos y filtrados se evaporan lentamente a sequedad al baño maría y el residuo se agota con éter; evaporando el éter se obtiene la dulcina casi pura, que se puede reconocer no sólo por su sabor dulce y por su punto de fusión de 173°, sino también por la siguiente reacción de Ruggeri (1). A una pequeña cantidad de dulcina, tomada en una cápsula de porcelana, se agregan unos 2 cm³ de solución de nitrato de plata (6 por 100) o de cloruro mercúrico (5 por 100), y luego se hace evaporar al baño maría, agitando a menudo con una varilla de vidrio, hasta sequedad completa. Dejando entonces por algún tiempo la

(1) *Annali del Lab. chim. centr. delle Gabelle*, vol. III, 1897, pág. 138.

cápsula en el baño maría, se ve aparecer en el fondo de ella una bellísima coloración violácea, que aun se vuelve más intensa teniendo la cápsula por breve tiempo en baño de arena a 160°, especialmente si se empleó el cloruro mercúrico. Por fin se quita la cápsula del baño, y caliente todavía se agrega alcohol absoluto: éste tomará una coloración rojo-vinosa intensa persistente.

3. **Rebusca de las substancias amargas.** — Para el reconocimiento completo de los diversos principios amargos nocivos, se remite a los artículos especiales de los libros que tratan de este asunto (1).

4. **Determinación de los aceites esenciales.**—Empléase el siguiente método (2), que comprende una destilación del licor para eliminar especialmente los azúcares, la extracción de las esencias del destilado alcohólico, adicionado convenientemente de sal, por medio del éter de petróleo, y por fin la evaporación del éter en determinadas condiciones,

Modo de operar.—En un embudo de llave de unos 300 cm^3 de capacidad se introducen sucesivamente 50 gr de sal común recristalizada y en polvo finísimo, 200 cm^3 del destilado alcohólico llevado a la graduación de unos 25° y 10 cm^3 de éter de petróleo de punto de ebullición alrededor de 40° C. Agítase hasta disolución completa de la sal, y obtenida esta disolución se prolonga todavía la agitación por unos 10 minutos. En el líquido así salado las esencias son casi completamente insolubles y pasan a disolverse en el éter de petróleo que fácilmente se separa del líquido salado, por la notable diferencia de peso específico.

Lograda la separación del estrato etéreo, el líquido salado se recoge en otro embudo separador de la misma capacidad del primero, y se trata como se ha dicho ya, con otros 5 cm^3 de éter de petróleo. Por fin se repite el mismo tratamiento con otros 5 cm^3 de éter de petróleo, después de haber vuelto el líquido salado, para disminuir en lo posible la pérdida, al embudo que había servido para la primera extracción. Los líquidos etéreos así recogidos, se reúnen y se secan con un poco de sulfato de sosa anhidro, y por fin se vierten en un matraz cónico tarado de capacidad conveniente para que aquéllos formen en él una capa de ancha superficie y débil espesor. Fíjase entonces en el cuello del matraz un tapón de corcho provisto de dos tubos de vidrio, a cuyo través se hace circular una lenta corriente de aire. En los primeros momentos de la evaporación conviene sumergir el matraz en un baño de agua a la temperatura de unos 25° C

---

(1) Girard, *Analyse des Matières aliment.*, 1904, pág. 223; Kœnig, *Nahrungs-und Genussmittel*, 1910. vol. III, pág. 302; Allen, *Comm. org. analysis* vol. VII, pág. 137.

(2) Muttelet, *Ann. des falsifications*, 1916, pág. 17.

para compensar algo el descenso de temperatura provocado por la evaporación del éter.

Cuando la mayor parte del disolvente se ha evaporado, se inicia una serie de pesadas del matraz, practicadas cada cinco minutos hasta que sus pérdidas de peso consecutivas sean iguales. Operando bien, se llega a pérdidas de 1-2 mg, siendo preciso efectuar en general 5-6 pesadas. El peso de esencia obtenido se refiere a 1 litro.

5. Reconocimiento de las substancias colorantes.—Los licores están a menudo colorados, y sobre todo en amarillo, en verde, en rojo. Si un licor es de color amarillo, hay que buscar particularmente las materias tánicas, el caramelo y los colores orgánicos artificiales, siguiendo a tal fin los métodos ya indicados (V. Coñac, Vino). El color verde puede ser debido a la clorofila si se ha obtenido por infusión de materias vegetales, pero más a menudo se debe a colores orgánicos artificiales. Así también el color rojo puede haberse obtenido mediante la cochinilla o bien con colores derivados del alquitrán.

Para descubrir la cochinilla, se diluye el licor con agua, se acidula con ácido acético y el líquido obtenido se agita con alcohol amílico; se separa el estrato alcohólico y se evapora, agregándole un poco de agua; el residuo de la evaporación se trata con algunas gotas de solución de acetato de urano al 3 por 100. En presencia de cochinilla, se obtiene una coloración o un precipitado verde azulado; por adición de un ácido, el color pasa a anaranjado.

Este último método está indicado en los *Met. dei Lab. del Min. di A. I. e C.*

***

En la apreciación de los resultados del análisis de un licor hay que tener en cuenta, además de su naturaleza y calidad, la calidad del alcohol empleado en su fabricación, la cual se puede, hasta cierto punto, deducir de la degustación y del examen químico practicados sobre el destilado alcohólico privado de los aceites esenciales.

Los licores no deben contener substancias dulcificantes artificiales, deben estar exentos de substancias amargas y colorantes nocivas, y por fin no deben contener metales nocivos.

CAPITULO VIII

ACEITES ESENCIALES

Los aceites esenciales, llamados también *Aceites etéreos*, *Aceites volátiles*, *Esencias*, son productos de composición más o menos compleja, formados generalmente por mezclas de substancias con funciones químicas bastante diversas, entre las cuales están principalmente comprendidas las siguientes:

1. *Hidrocarburos*, raramente de la serie grasa (eptano, mirceno y diversas parafinas), más a menudo de la serie aromática, como estirol, cimol, pero generalmente terpenos, como pineno, canfeno, fenqueno, limoneno, dipenteno, silvestreno, felandreno.

2. *Alcoholes*, como linalol (licareol, coriandol), geraniol (lemonol, rodinol, reuniol), citronelol (reuniol, rodinol de algunos autores), terpineol, borneol, mentol. Los alcoholes en los aceites esenciales se hallan ya en estado libre, ya en el de combinación con los ácidos, en estado de éteres (V. más adelante).

3. *Aldehidos*, entre los cuales los más importantes son el aldehido benzoico, el cinámico, el salicílico, el citral, el citronelal.

4. *Cetonas* como el alcanfor, la metileptenona, la carvona, la fencona, la tuyona o tanacetona, la pulegona, la mentona.

5. *Fenoles*, como anetol, eugenol, safrol, timol, carvacrol, cavicol.

6. *Acidos*, *Eteres*. Los primeros se hallan alguna vez, aunque en pequeña cantidad, en estado libre (ácido acético, propiónico, butírico, valeriánico, cianhídrico) y mucho más frecuentemente en combinación con varios de los alcoholes antes mencionados, en estado de éteres (fórmico, acético, valeriánico, mirístico, tiglínico, cinámico, salicílico, etc.).

7. *Cuerpos sulfurados*, como sulfocianatos de radicales alcohólicos (en los aceites de mostaza, ajo y otros semejantes).

El análisis de los aceites esenciales, practicado con objeto de identificarlos, de establecer su valor o comprobar su pureza, se basa en la determinación de algunos caracteres físicos, de algún componente especial (éteres, alcoholes, aldehidos, etc.), y en la rebusca de

algunas de las substancias que más generalmente se emplean para sofisticar los aceites esenciales.

Se tratará primero (*Métodos generales*) de los métodos que han de seguirse para las determinaciones e investigaciones indicadas; y después (*Parte especial*) del análisis particular de algunos de los más importantes aceites esenciales.

MÉTODOS GENERALES

Los caracteres físicos que tienen mayor importancia para el análisis de los aceites volátiles son, además del aspecto y del olor: peso específico, poder rotatorio, índice de refracción, punto de solidificación, destilación, solubilidad (V. n. 1 a 7). Y los componentes de estos aceites que más a menudo interesa determinar son: éteres, alcoholes, aldehidos, cetonas, fenoles (V. n. 8 a 11). Por fin los sofisticantes más comunes que conviene descubrir son: alcohol, aceites minerales y grasas, esencia de trementina y algún aceite volátil de escaso valor (V. n. 12).

1. Caracteres organolépticos

Para la apreciación de la calidad y pureza de un aceite esencial tiene especial importancia el carácter del olor, que se aprecia frotando alguna gota del aceite entre las manos, o bien embebiendo una tira de papel de filtro o un copo de algodón.

2. Peso específico

Determínase por los métodos ordinarios, es decir, con la balanza de Westphal o con un picnómetro y de ordinario a la temperatura de 15°. Si no se puede disponer más que de una pequeña cantidad de substancia, se emplea útilmente un pequeño picnómetro en forma de tubo en U (V. cap. Espíritus y licores, pág. 326). Operando a temperatura distinta de la de 15° se puede referir el peso específico a 15° por medio del coeficiente medio 0,00075, sumándolo por cada grado de temperatura superior y restándolo por cada grado inferior a 15°.

El peso específico de los aceites volátiles hasta ahora conocidos varía entre 0,8 y 1,2 aproximadamente. Los aceites más ligeros que el agua son generalmente ricos en hidrocarburos, en alcoholes (libres o eterificados), en aldehidos o cetonas, como por ejemplo, los aceites de eneldo, angélica, naranja, bergamota, alcaravea, cidronela, coriándolo, comino, eucalipto, geranio, lavanda, limón, neroli, rosa. Los aceites de peso específico

muy próximo a 1 o superior a 1 son generalmente los que contienen un fenol o derivados fenólicos en cantidad notable, o bien algunos éteres como por ejemplo, los aceites de anís, de gaulteria, de clavos de especia, de sasafrás. También los aceites volátiles que contienen productos sulfurados tienen un peso específico elevado, como los de mostaza o de raíz de reseda.

El peso específico de un aceite esencial determinado, no es sin embargo siempre constante, pues influyen en él el cultivo de la planta de que se ha obtenido el aceite, el modo de preparación o de purificación del aceite, la edad del mismo, y otras causas.

3. Poder rotatorio

Determínase con un polarimetro de penumbra de Laurent, de luz amarilla, empleando un tubo de 10 cm (con los aceites de color subido se pueden usar también tubos de 5 ó de 2,5 cm). La observación se hace generalmente a 15° ó 20° y para la mayor parte de los aceites esenciales la temperatura no tiene gran influencia sobre el poder rotatorio; pero para los de limón y de naranja es necesario proceder a una corrección para la temperatura (V. los correspondientes artículos)

Para los aceites esenciales se da, de ordinario, la rotación directa expresada en grados de círculo, referida a un tubo de 10 cm, que se indica con α o α_D.

El poder rotatorio específico $[\alpha]_D$ se puede calcular por la fórmula:

$$[\alpha]_D = \frac{\alpha}{l \times d}$$

siendo α la rotación observada, l la longitud del tubo en decímetros y d el peso específico del aceite.

No teniendo a disposición un polarímetro, se puede emplear un sacarímetro de escala Ventzke, no teniendo en cuenta el diverso poder dispersivo del cuarzo con respecto a las esencias. En este caso los grados sacarimétricos obtenidos se dividen por 2,89 para obtener la rotación en grados de círculo, siendo, como para la sacarosa, un grado Ventzke = 0,3465 grados de círculo. La observación se hace usando tubos de 10, de 5 ó de 2,5 cm, según el poder rotatorio del aceite (1).

---

(1) Es superfluo advertir que usando un sacarímetro de escala Ventzke, no se podrá, con tubo de 10 cm, observar más que esencias cuyo poder rotatorio dextrógiro sea inferior a unos 34° de círculo o un poder rotatorio levógiro inferior a unos 10° de círculo. En caso contrario habrá que hacer las observaciones en tubos de 5 ó de 2,5 cm, o bien correr convenientemente las escalas del sacarímetro.

El poder rotatorio de los diversos aceites esenciales no es siempre constante; a menudo oscila entre límites bastante distantes. Pero la determinación de este índice nunca debe omitirse, por prestar gran auxilio en el descubrimiento de las sofisticaciones, especialmente en los casos de los aceites de poder rotatorio muy elevado, como los de limón, de naranja.

4. Indice de refracción

Determínase por medio de los *Refractómetros*, de los cuales el tipo más común y usado es el de Abbe (1).

El *Refractómetro de Abbe* (fig. 61) consta de un pesado pie que lleva un anteojo *a* giratorio alrededor de un eje horizontal, junto con un sector graduado *b*. Alrededor del mismo eje gira también un sistema de prismas *c* rígidamente enlazados a una alidada *d* que recorre el mencionado sector y sirve para la lectura de la graduación (2). La parte inferior del anteojo *a* está constituída por un tambor graduado giratorio alrededor de su propio eje, por medio de un tornillo *e* y que contiene un compensador para eliminar la dispersión que se presenta empleando la luz blanca. Por fin, el pie del aparato lleva un espejo móvil *s*.

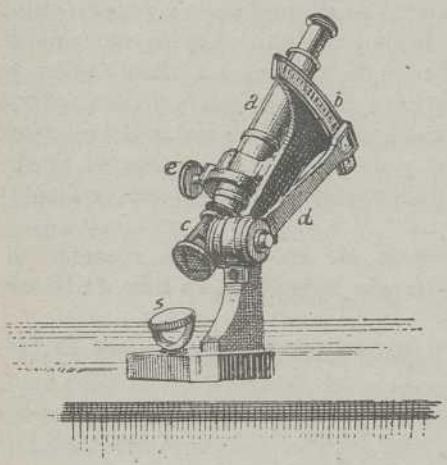


Fig. 61.

El sistema *c* está formado por dos prismas que se ajustan formando un paralelepípedo. Entre ellos se pone una gota del líquido en examen, de modo que reuniendo de nuevo ambos prismas, la gota se esparce y forma un velo líquido entre ellos.

Los rayos luminosos son reflejados por el espejo *s* hacia el sistema de prismas, a cuyo través penetran en el anteojo *a*.

Para proceder a la observación, se corre la alidada *d* hasta que produciéndose la reflexión total en la superficie del velo líquido

---

(1) Entre los otros refractómetros figura el de *Pulfrich* (puede verse su descripción en los *Ann. Labor. Chim. Centrale Gabelle*, tomo V, parte 2.ª, pág. 7) y el de *Pulfrich de inmersión*, que es de fácil manejo y de resultados bastante exactos, y que con adición de un prisma auxiliar especial se puede usar también para pequeñas cantidades de líquidos.

(2) En algunos aparatos más recientes, el sistema de prismas está rodeado de una envoltura de dobles paredes, entre las cuales se puede hacer circular agua a temperatura constante, de modo semejante al butirorrefractómetro página 50).

interpuesto entre los prismas, la mitad inferior del campo visual (provisto de un retículo) aparece obscura. En general la línea de separación está colorada y difuminada, siendo entonces preciso dar vuelta al tornillo *e* hasta que la línea en cuestión aparece lo más neta e incolora posible. Logrado esto, se lee la graduación del sector y la del compensador; gírase otra vez el tornillo *e* hasta obtener la línea de separación incolora, que se traslada a la posición exacta moviendo la alidada *d*. El promedio entre las dos lecturas de la escala del sector *b* da el índice de refracción respecto a la línea amarilla *D* de Fraunhofer; el promedio de las dos lecturas del compensador sirve para calcular, mediante una tabla anexa al aparato, la dispersión entre las líneas *D* y *F* de Fraunhofer.

El índice de refracción de los aceites esenciales no es, en general, muy distinto de uno a otro aceite; puede oscilar aproximadamente entre 1,43 y 1,62, para temperaturas alrededor de 20°; pero puede servir en algunos casos para revelar la existencia de substancias extrañas.

5. Punto de solidificación

Para la determinación exacta del punto de solidificación de algunos aceites esenciales se debe emplear el aparato representado en la figura 62.

A un gran vaso cilíndrico de vidrio *C* se adapta una tapa metálica con orificio central para dar paso a un tubo de ensayo *b* en el cual se introduce otro tubo de ensayo *a* de menor diámetro y algo ensanchado en su parte superior; el tubo *a* se cierra con una tapa metálica atravesada por un termómetro *t* dividido en medios grados, que queda retenido por tres lengüetas de resorte convenientemente fijadas en la cara inferior de la tapa.

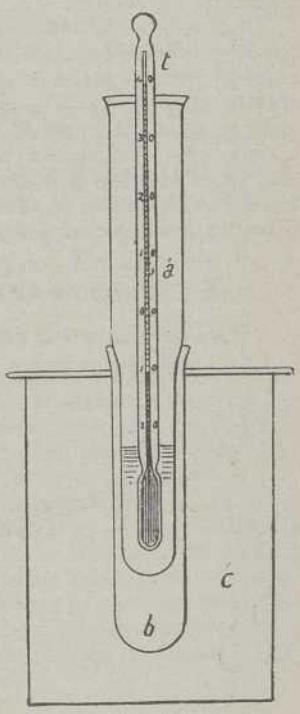


Fig. 62.

Para proceder al ensayo se llena primero el vaso exterior con agua fría y trocitos de hielo (para los aceites de anís y de badiana) o bien con mezcla frigorífica de nieve y sal (para el aceite de hinojo). Luego se vierte en el tubo interior *a* una cantidad de aceite esencial que ocupa una altura de 5 cm y se sumerge en él el termómetro, evitando que toque las paredes del tubo. Déjase enfriar, sin agitar, hasta que el termómetro marque una temperatura de unos 5° por debajo del presunto punto de soli-

dificación del aceite en examen y entonces se provoca la solidificación agitando y frotando con el termómetro a lo largo las paredes del tubo. Si el aceite se mantiene líquido, se deja caer en él un fragmento del aceite solidificado aparte, o un cristalito de anetol y entonces el aceite se cuaja súbitamente en una masa cristalina, con desprendimiento de calor. Favorécese la cristalización del producto agitando continuamente el termómetro, cuya columna asciende rápidamente hasta un máximo, donde se detiene. Esta temperatura máxima representa el punto de solidificación del aceite ensayado.

La mayor parte de los aceites esenciales sólo se solidifican a muy baja temperatura, y por esto la determinación del punto de solidificación sólo se hace prácticamente para un corto número de aceites esenciales, especialmente para los de anís, de badiana, de hinojo, de rosas, de ruda, ricos en principios fácilmente cristalizables. Esta determinación, en los casos en que se puede realizar, da un buen criterio para apreciar el valor y la pureza de los aceites.

Los aceites de anís, de badiana, de hinojo se solidifican fácilmente por su contenido en anetol; los dos primeros entre 15° y 20°, el tercero entre 3° y 6°. El aceite de rosas (búlgaro) se solidifica entre 19° y 24°, y el alemán entre 27° y 37°, por su contenido en estearopteno. El aceite de ruda se solidifica entre 8° y 10° por su contenido en metilnonilcetona. Cuanto más elevado es el punto de solidificación de estos aceites, tanto más apreciados son. Un descenso en su punto de solidificación indica que han sido adicionados de substancias extrañas, o bien que han sido en parte privados de sus principios característicos.

6. Punto de ebullición.—Destilación fraccionada

Para determinar el punto de ebullición, o por mejor decir los límites de temperatura entre los cuales destila un aceite esencial, se usa un matracito común de destilación, de 60 a 80 cm^3 de capacidad.

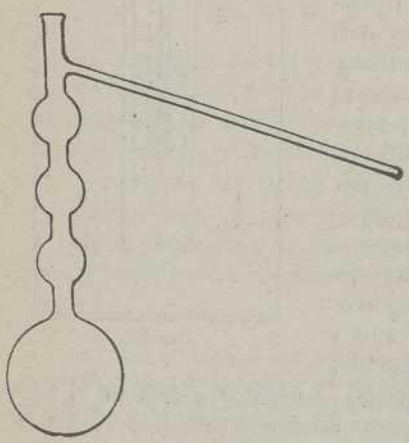


Fig. 68.

Léese la temperatura a que comienzan a destilar las primeras gotas, aquélla a que pasa la mayor parte del aceite y la máxima a que destilan las últimas porciones. Es conveniente tener separadas las diversas fracciones destiladas para proceder en ellas a investigaciones especiales acerca de los componentes del aceite. Para separar los diversos componentes es a menudo conveniente proceder a la destilación a presión reducida (20-40 mm).

En algunos casos especiales, como en el análisis del aceite de limón y otros semejantes, se emplea para la destilación fraccionada

un matraz con tres bolas, de capacidad adecuada a la cantidad de aceite que se puede emplear para el ensayo (fig. 63).

Los aceites esenciales, constituídos por mezclas de diversas substancias, no tienen un punto de ebullición fijo, sino que hierven entre límites de temperatura a veces muy distantes: en general entre unos 120° y 300°. La destilación fraccionada sirve ya para separar los diversos componentes de los aceites esenciales, ya para descubrir los fraudes. Por ejemplo, es fácil con la destilación descubrir la adición de alcohol o de petróleo, que hierven a menos de 100°. También la adición de esencia de trementina se puede en muchos casos descubrir con la destilación fraccionada (V. además el n. 12).

7. Solubilidad

Los aceites volátiles son fácilmente solubles en diversos disolventes orgánicos, como alcohol absoluto, éter, cloroformo, benzol, sulfuro de carbono, bencina, aceite de parafina, éter acético, ácido acético glacial. En el alcohol diluído son más o menos solubles, según su naturaleza.

Para el análisis tiene especial importancia la prueba de solubilidad en el alcohol de 90°, de 80° y de 70°. El ensayo relativo se lleva a cabo en un cilindro de vidrio graduado en medios centímetros cúbicos, en el cual se mide 1 cm^3 del ensayo y se agrega poco a poco, agitando bien, el alcohol hasta obtener una solución límpida, y se anota el volumen del alcohol necesario. En algunos casos una ulterior adición de alcohol puede producir un enturbiamiento, y también hay que tenerlo en cuenta.

Los aceites ricos en substancias oxigenadas (éteres compuestos, fenoles, etc.) dan a menudo con el éter de petróleo, el aceite de parafina o el sulfuro de carbono, soluciones turbias por separación de gotículas de agua, debido a que tales aceites disuelven y retienen pequeñas cantidades de agua.

En el alcohol de 90°, 80° y 70° cada aceite esencial presenta una solubilidad bastante constante; la prueba de solubilidad en el alcohol diluído da útiles indicaciones especialmente para descubrir las sofisticaciones con esencia de trementina o con petróleo en los aceites solubles en el alcohol de 70° o de 80°, por ser la esencia de trementina y el petróleo poco solubles en el alcohol de estas concentraciones. Los aceites grasos se descubren también más fácilmente por su insolubilidad en el alcohol de 90°.

8. Determinación de los éteres por saponificación

Muchos aceites esenciales contienen éteres compuestos (generalmente acetatos) de alcoholes de las fórmulas $C_{10}H_{18}O$ (borneol, geraniol, terpineol, linalol), $C_{10}H_{20}O$ (mentol, citronelol), $C_{15}H_{24}O$ (santalol). Estos éteres, hervidos con potasa alcohólica, se hidrolizan (saponifican) y dan el alcohol libre y la sal potásica correspondiente al

ácido del éter; por esto los aceites volátiles que contienen éteres compuestos tienen un número de saponificación, el cual se puede determinar de modo análogo al usado para las materias grasas.

Pésanse unos 2 gr de aceite esencial en un matracito de vidrio de 100 cm^3, se agregan 10 ó 20 cm^3 de potasa alcohólica seminormal (generalmente bastan 10 cm^3 y se agregan 20 solamente en los casos en que esté comprobada la insuficiencia de los 10), se cierra el matraz con un tapón de corcho atravesado por un tubo de vidrio de 1 m aproximadamente de longitud, o mejor provisto de un pequeño refrigerante vertical de bolas, se calienta por ½ hora a 1 hora al baño maría, se deja enfriar, se agregan unos 50 cm^3 de agua y algunas gotas de solución alcohólica de fenolftaleína y se valora el exceso de álcali con ácido sulfúrico seminormal.

Los miligramos de KOH necesarios para saponificar 1 gr de aceite representan el *Número de saponificación*, o más exactamente el *Número de éteres* (*N. E.*) del aceite.

Si el aceite estuviese ácido por los ácidos libres (lo que puede suceder especialmente con los aceites viejos o mal conservados), se tiene en cuenta el álcali necesario para neutralizar la acidez en frío, es decir, se determina el *Número de acidez* y se resta del número de saponificación.

Del número de los éteres (*N. E.*) se deduce el contenido en éter compuesto o en alcohol correspondiente al estado de éter, mediante las siguientes fórmulas, admitiendo que se trate de *acetatos*, como es el caso más frecuente:

$$1)\quad \textit{Éter}\ \text{por}\ 100 = \frac{N.\ E. \times m}{560}$$

$$2)\quad \textit{Alcohol}\ \text{correspondiente por}\ 100 = \frac{N.\ E. \times m_1}{560}$$

en las cuales *N. E.* representa el número de los éteres, m el peso molecular del éter acético buscado y m_1 el peso molecular del alcohol buscado.

El contenido en éteres de un determinado aceite esencial no es siempre constante, y por esto su número de éteres puede variar entre límites más o menos distantes (tab. XXXVI). Pero la determinación del número en cuestión es importante en el análisis de algunos aceites volátiles, ya para su identificación, ya para revelar sus sofisticaciones, ya para apreciar la bondad de los mismos aceites. En algunos casos, los éteres compuestos representan el principio aromático contenido en los aceites, como por ejemplo el acetato de linalilo en los aceites de bergamota, de lavanda, de petit grain; el acetato de bornilo en el aceite de hojas de pino; el acetato de mentilo en el aceite de menta; por esto de la cantidad de éter contenida en estos aceites se puede deducir el valor de los mismos.

El número de los éteres puede servir también para descubrir la presencia de aceites grasos, pues éstos tienen un índice de saponificación muy elevado.

9. Determinación de los alcoholes libres (acetilación)

Procédese de diversa manera según que se hallen solamente alcoholes libres o que éstos vayan acompañados de éteres o de alcoholes o cetonas.

1. Alcoholes libres exclusivamente.—El contenido en alcoholes libres (borneol, geraniol, terpineol, linalol, mentol, citronelol, santalol, alcohol tujílico) en los aceites esenciales se tiene en este caso transformando los alcoholes en los correspondientes éteres acéticos (acetatos), mediante ebullición con anhídrido acético y determinando luego el número de saponificación del producto acetilado (*Número de acetilsaponificación*).

A tal fin, 10 cm^3 del aceite en examen se tratan con un volumen igual de anhídrido acético y 2 gr de acetato sódico seco, en un matracito a cuyo cuello se aplica, mediante cierre esmerilado, un refrigerante ascendente, y se hierve por una hora. Una vez frío se diluye con agua, se calienta por ½ hora aproximadamente al baño maría, se pasa a un embudo de llave para separar el aceite acetilado del líquido acuoso. El aceite se lava con agua o con solución de cloruro sódico hasta reacción neutra, y por fin se seca agitándolo con sulfato sódico anhidro. Del aceite acetilado preparado se pesan unos 2 gr, y sobre ellos se determina el número de saponificación del modo precedentemente descrito (pág. 395).

Por medio de la fórmula siguiente se calcula luego el tanto por ciento de alcohol en el aceite en examen:

$$\textit{Alcohol}\ \text{por}\ 100 = \frac{a \times m}{20\,(s - a \times 0{,}021)}$$

en la cual a representa los centímetros cúbicos de KOH seminormal empleados; m = peso molecular del alcohol buscado; s = gramos de aceite acetilado empleados en la determinación del número de acetilsaponificación.

2. Alcoholes y éteres.—Cuando en un aceite, además del alcohol libre, exista también alcohol eterificado, para conocer la cantidad de alcohol libre hay que determinar el número de los éteres, como en el precedente n. 8, sobre el aceite sin preparar, y después el número de acetilsaponificación sobre el aceite acetilado, y de la diferencia entre estos dos números se deduce el *alcohol libre* mediante la fórmula antes expuesta. De otro lado se deduce el alcohol eterificado (acetato) del número de los éteres mediante la fórmula 2 de la página 396; sumando el alcohol libre y el alcohol eterificado resulta el *alcohol total*.

El método descrito permite determinar exactamente los alcoholes: borneol, isoborneol, geraniol, mentol, santalol; con los alcoholes terciarios linalol, terpineol, no da resultados atendibles. Si deben determinarse estos últimos, conviene proceder a la acetilación sobre el aceite diluído con esencia de trementina (5 gr de aceite y 25 gr de esencia) según el método de Boulez (1).

3. Alcoholes, aldehidos y cetonas.—Cuando en un aceite esencial se hallen, además de los principios alcohólicos, también aldehidos y cetonas, la determinación de los alcoholes con la acetilación no es exacta, porque también aldehidos y cetonas reaccionan con el anhídrido acético. En tales casos se pueden eliminar los aldehidos convirtiéndolos en compuestos insolubles mediante los bisulfitos alcalinos u otros reactivos (V. en el n. 10, Investigación de los aldehidos), y luego determinar los alcoholes en el aceite residuo obtenido. O bien se pueden transformar los aldehidos en los correspondientes alcoholes por la acción de la amalgama de sodio, y proceder a la determinación de los alcoholes antes y después de esta conversión, de donde se podrá deducir el contenido en aldehidos. Pero en estos casos no se pueden obtener más que resultados aproximados, porque la separación y la transformación de los aldehidos casi nunca se verifican de un modo rigurosamente cuantitativo.

La acetilación tiene especial importancia para el análisis de los aceites esenciales, cuyo valor depende en gran parte del contenido en principios alcohólicos; especialmente para el análisis de los aceites de menta (mentol), de palmarosa, de geranio, de rosas (geraniol), de coriándolos, de linaloe (linalol), de sándalo (santalol).

10. Investigación y determinación de los aldehidos

Procédese del siguiente modo:

1. Investigación cualitativa.—Los aceites esenciales que contienen aldehidos dan las siguientes reacciones:

a) Agitados con solución de fucsina decolorada (Reactivo de Schiff) dan en seguida una coloración roja intensa.

b) Calentados en solución alcohólica con una pequeña cantidad de metafenilendiamina dan una coloración amarilla obscura y hasta parda intensa.

c) Agitados con un poco de solución alcohólica concentrada de bisulfito sódico, los aceites muy ricos en aldehidos dan una masa cristalina, más o menos fácilmente soluble en un exceso de bisulfito.

2. Determinación cuantitativa.—Usanse comúnmente los dos siguientes métodos:

(1) *Bull. Soc. Chim. de France*, 1907, vol. I, pág. 117. En vez de la esencia de trementina se puede emplear otro disolvente, por ejemplo el xilol, que no es nada atacado por el anhídrido acético.

a) MÉTODO AL BISULFITO.—En un matraz de unos 100 cm³ con cuello de unos 13 cm de longitud y 8 mm de diámetro, dividido en décimas de centímetro cúbico, se vierten 10 cm³ del aceite esencial en ensayo y luego un volumen igual de solución de bisulfito sódico al 30 por 100: agítase bien y se calienta al baño maría hasta que el magma cristalino formado comienza a fundir; agrégase, poco a poco y agitando, más solución de bisulfito, hasta llenar aproximadamente los dos tercios del matraz, y vuélvese a dejar en el baño maría hasta que dejen de percibirse partículas sólidas, el líquido acuoso haya quedado perfectamente deslindado del aceite que sobrenada, y haya dejado de percibirse el olor característico del aceite esencial. Una vez frío, se agrega más bisulfito para que toda la porción aceitosa pase al cuello graduado del matraz y la línea de separación de los dos líquidos coincida exactamente con la primera de las divisiones. Del número de centímetros cúbicos de líquido aceitoso, que representa la parte no aldehídica del aceite ensayado, se deduce, por diferencia, la cantidad, en volumen, de aldehidos existentes.

b) MÉTODO AL SULFITO O DE BURGESS.—En el mismo matraz del método precedente se introducen 5 cm³ del aceite en examen, 10-20 cm³ de una solución saturada de sulfito neutro de sodio (40 por 100) recién preparada y algunas gotas de solución de fenolftaleína; se calienta al baño maría, agitando a menudo, y de vez en cuando se neutraliza la alcalinidad, que se manifiesta por formación de hidrato sódico, mediante ácido acético diluído 1 : 5, hasta que por nueva adición de sulfito, sin dejar de calentar, deja de aparecer la coloración roja. Luego se diluye con agua de modo que el aceite sin atacar pase a la parte graduada del cuello del matraz, y después de completo enfriamiento, se lee el volumen ocupado por esta porción. Multiplicando por 20 el mismo volumen, se obtiene, por diferencia, la cantidad de aldehidos contenida en 100 vol. de aceite.

Con este método se determinan también las *Cetonas*, como la carvona y la pulegona, en los aceites esenciales de alcaravea y de poleo (1).

La determinación de los aldehidos y de las cetonas tiene importancia para el análisis de aquellos aceites esenciales que están especialmente caracterizados por principios aldehídicos y cetónicos, como por ejemplo:

---

(1) Otros métodos para la determinación de los aldehidos y de las cetonas son los de Benedikt y Strache (*Núm. de carbonilo*), de Hanus (a la fenilhidracina), de Bennett (al clorhidrato de hidroxilamina). Véase CHARABOT, DUPONT y PILLET, *Les Huiles essentiales*, 1899; I. GUARESCHI, *Nuova Enciclopedia di Chimica*, volumen IX, pág. 1226.

El método del número de carbonilo da resultados discretamente exactos para la determinación del benzaldehido en el aceite de almendras amargas, del aldehido cumínico en el aceite de comino, de la metilnonilcetona en el aceite de ruda. El método de Hanus, según este autor, da buenos resultados para la determinación del aldehido cinámico en los aceites de canela.

el citral contenido en los aceites de limón y de lemongrass; el citronelal del aceite de cidronela y de algunos eucaliptos; el aldehido benzoico del aceite de almendras amargas; el aldehido salicílico de los aceites de Spiraea; el aldehido anísico de los aceites de anís y de hinojo; el aldehido cumínico del aceite de comino; el aldehido cinámico de los aceites de canela; la carvona del aceite de alcaravea; la pulegona del aceite de menta poleo; la metilnonilcetona del aceite de ruda. Pero la determinación de los aldehidos y de las cetonas presenta siempre dificultades y los métodos antes indicados son aplicables con suficiente exactitud sólo en reducido número de casos, es decir, sólo cuando el contenido en aldehidos o cetonas es notable. El método al bisulfito es aplicable especialmente para la determinación de los aldehidos cinámico y benzoico en los aceites de canela y de almendras amargas, y hasta cierto punto también para la del citral en el aceite de lemongrass. El método al sulfito da buenos resultados en los mismos casos, así como en la determinación de la carvona y de la pulegona.

11. Determinación de los fenoles

Los aceites volátiles que contienen fenoles, agitados con solución de sosa o de potasa cáustica, disminuyen de volumen proporcionalmente a su riqueza en fenoles, por disolverse éstos en los álcalis. La solución alcalina así obtenida, acidificada, abandona el fenol, reconocible por el olor y por la reacción con el cloruro férrico (coloración azul-verdosa o rojiza).

Para la determinación de los fenoles se usa un matraz con el cuello graduado igual al empleado para los aldehidos (pág. 399), en el cual se miden volúmenes iguales (de ordinario 10 cm^3) del aceite que se haya de examinar y de solución acuosa al 5 por 100 de sosa cáustica (1); agítase fuertemente, agrégase más solución alcalina para hacer pasar al cuello del matraz la porción no atacada, déjase en reposo y cuando los dos líquidos están netamente separados y límpidos, se lee el volumen ocupado por la parte de aceite que ha quedado insoluble en el álcali: por diferencia se tiene el contenido de fenoles en volumen.

La determinación de los fenoles tiene especial importancia para el análisis de los aceites de lúpulo (carvacrol), de tomillo, de ajowan (timol), de anís, de badiana, de hinojo (anetol), de clavos de especia y sus tallos (eugenol), de sasafrás (safrol).

12. Investigaciones especiales

Las sofisticaciones más comunes de los aceites esenciales consisten en adiciones de substancias extrañas de poco valor, entre las

(1) Operando con aceites volátiles que contengan eugenol (de clavos de especia y sus tallos, canela, pimiento, bay), hay que emplear una solución de hidrato sódico al 3 por 100. Con el aceite de clavos conviene también calentar por 10 minutos al baño maría.

cuales se emplean más frecuentemente: alcohol, aceites minerales, esencia de trementina, aceite de cedro, aceite de copaiba, aceite de bálsamo de gurium. Otras substancias que se pueden hallar adicionadas son la parafina y el espermaceti, los cuales se usan especialmente para la sofisticación del aceite de rosas.

En casos especiales se emplean también, para adulterar los aceites genuinos, productos secundarios de la elaboración de algunos de ellos, como por ejemplo los terpenos de limón para la sofisticación de los aceites de agrios, o bien se mezclan con aceites de elevado valor otros aceites de olor semejante pero de precio mucho menor (aceite de geranio en el de rosas, aceite de cidronela en el de melisa).

En la tabla XXXVI se hallarán indicadas las más habituales sofisticaciones de los aceites volátiles. Para descubrir los sofisticantes más comunes (alcohol, aceites minerales, etc.) se pueden, en general, hacer los ensayos descritos a continuación:

1. **Alcohol.**—*a)* Reconocimiento cualitativo. Los aceites esenciales mezclados con alcohol dan las siguientes reacciones:

a) Calentando al baño maría unos 2 cm^3 del aceite en examen en un tubo de ensayo cerrado con un copo de algodón en el que se habrá puesto un grano de fucsina, el algodón se tiñe de rojo si el aceite contiene alcohol.

b) Unas gotas de aceite, agitadas con 5-10 cm^3 de agua, dan un líquido lactescente (los aceites puros se separan rápidamente del agua, quedando ésta límpida).

c) Si en una probeta graduada se mide un volumen dado de aceite (por ejemplo, 10 cm^3), y se agita con un volumen igual de agua salada o glicerina diluída (agua y glicerina en partes iguales), y luego se deja en reposo, después de la separación completa de los dos líquidos, el volumen del aceite se halla disminuído a proporción del alcohol contenido. Así se puede también evaluar aproximadamente la cantidad de alcohol existente. Destilando el líquido acuoso se puede identificar en el destilado el alcohol etílico con las reacciones expuestas en el Cap. Barnices.

b) Determinación cuantitativa. Para una determinación más exacta, aplicable especialmente a los productos de perfumería, es conveniente adoptar el método siguiente (1): en un matraz de 200 cm^3 se toman 50 cm^3 del producto en examen; se les agrega, agitando, una solución de alumbre al 5 por 100 hasta casi enrase; se enfría a 15°; se añade más solución de alumbre, hasta enrase; se vuelve a agitar, se filtra por filtro seco, desechando las primeras porciones, si pasan turbias, o volviéndolas al filtro. Del filtrado se diluyen 100 cm^3 con un poco de agua y se destilan recogiendo 100 cm^3 de destilado; determínase de éste el peso específico, para deducir me-

(1) Marino D.: *Ann. Labor. chim. centrale Gabelle*, vol. VI, pág. 661.

diante las tablas usuales el alcohol en volumen. Por fin multiplicando por 4 el alcohol así hallado, se obtiene el alcohol en volumen por 100 cm^3 de producto examinado.

2. Aceites minerales.—El petróleo, los aceites minerales pesados, el aceite de parafina, se pueden descubrir en los aceites esenciales por su insolubilidad en el alcohol de 90°. Además, rebajan el peso específico del producto.

Para su determinación cuantitativa hay que oxidar completamente el aceite esencial con ácido nítrico fumante, como para la determinación del petróleo en la esencia de trementina (V. Cap. IX de este tomo). Débese observar no obstante que algunos aceites etéreos, como los de rosa, de camomilla, de neroli, contienen naturalmente hidrocarburos sólidos (parafinas).

3. Aceites grasos.—Los aceites volátiles mezclados con aceites grasos dejan una mancha untuosa transparente, cuando se dejan evaporar algunas gotas sobre una hoja de papel.

Las mismas mezclas dejan de ser completamente solubles en alcohol de 90°, salvo que el aceite graso sea el de ricino, el cual en cambio es poco soluble en alcohol de 70°. Así también, al ser evaporadas en una cápsula, al baño maría, dejan un residuo abundante, que calentado en un tubo de ensayo con un poco de bisulfito potásico despide un olor irritante de acroleína y tiene un elevado número de saponificación (180-200). Hay que advertir que también algunos aceites etéreos puros dejan un residuo por evaporación (aceite de bergamota, de limón, de anís, de badiana), pero ese residuo no tiene los caracteres de los aceites grasos.

También el número de saponificación del aceite sin preparar, permite sospechar la adición de aceites grasos, los cuales tienen, en general, número de saponificación de 180 a 200.

Con los aceites grasos se sofistica el aceite de bergamota. Los aceites de cananga, de cidronela, de palmarosa se sofistican a menudo con aceite de coco.

4. Esencia de trementina.—Es un sofisticante muy común para los aceites volátiles y que no en todos los casos se puede fácilmente reconocer. El peso específico, la destilación fraccionada, el poder rotatorio, sirven en la mayor parte de los casos para reconocer la esencia de trementina, cuyos caracteres se hallan descritos en el capítulo IX (Véase también, como ejemplo, su investigación en el artículo: Esencia de limón).

También por su escasa solubilidad en el alcohol de 70° puede descubrirse la esencia de trementina en los aceites que son fácilmente solubles en el alcohol de dicha concentración.

En los aceites que no contienen el pineno entre sus componentes, la esencia de trementina común (V. Cap. IX) se puede descu-

brir por la identificación del pineno. A tal fin se recoge la fracción de aceite que hierve alrededor de 160° y se trata con partes iguales de ácido acético glacial y de nitrito de amilo, en un recipiente mantenido en inmersión en una mezcla frigorífica de nieve y sal; luego se agrega, poco a poco y agitando, ácido clorhídrico de D = 1,17 (1,5 gr por cada 5 gr de substancia). Así se forma el *Nitrosocloruro de pineno*, en escamitas blancas nacaradas, que se tratan con alcohol de 96° frío, se recogen en un filtro, se lavan por aspiración con alcohol frío, y se exprimen entre papel secante, para purificarlas luego disolviéndolas en un poco de cloroformo y reprecipitándolas con alcohol metílico (al fin, se pueden recristalizar en benool). El nitrosocloruro de pineno puro funde a 103° y da un líquido espumoso y se tiñe en rojo sanguíneo. Hervido, por un instante, con alcohol y un poco de anilina, da una solución de un intenso amarillo, que por saturación con ácido clorhídrico pasa al rojo. Calentado por algún tiempo, al baño maría, con alcohol y un exceso de piperidina o de bencilamina, y diluyendo luego con agua, se separan las correspondientes *Nitrolaminas* características, es decir, la *Pinennitrolpiperidina*, que funde a 118°-119° y la *Pinennitrolbencilamina*, que funde a 122°-123°.

5. Aceites de cedro, de bálsamo copaiba, de bálsamo gurium. —Los aceites volátiles de cedro, de bálsamo de copaiba y de bálsamo de gurium se prestan para sofisticar muchos aceites esenciales, por su bajo precio y ligero olor.

En las mezclas se pueden descubrir por su insolubilidad en el alcohol de 70° a 90°, por su peso específico elevado (más de 0,900), por su alto punto de ebullición (250°-285°) y por su fuerte poder rotatorio (α_D = — 20° a — 40° para el aceite de cedro; — 7° a — 35° para el aceite de copaiba; — 35° a — 130° para el de gurium; hay que advertir, sin embargo, que existe también un aceite de copaiba africano con poder dextrógiro de + 16° a 22°).

PARTE ESPECIAL

Los aceites esenciales o esencias que se obtienen de las flores, frutos, cortezas, hojas, excreciones, de muchísimas plantas, o que a veces se preparan sintéticamente, son muchísimas. Pero no todas tienen igual importancia comercial; algunas la tienen escasísima, otras muy notable, especialmente para algunas regiones. A continuación se trata especialmente de las que mayor importancia tienen en nuestras regiones, es decir, de las esencias de agrios; de las demás de alguna importancia se trata en la tabla XXXVI.

Esencias de agrios

Obtiénense de la corteza de los frutos de los agrios (principalmente naranjas, bergamotas, limones) por presión a mano o a máquina, y más limitadamente por destilación (de los residuos). El análisis de las esencias de naranja, de bergamota y limón, que son las más importantes, y las conclusiones que pueden establecerse, se exponen a continuación. Los caracteres de las demás esencias de agrios menos importantes (naranja china, mandarina, lima, cidra) se hallarán en la tabla XXXVI.

ESENCIA DE NARANJA AGRIA

Obtiénese de la corteza del *Citrus bigaradia* y es un líquido de color amarillo intenso, con olor a naranja y sabor aromático amargo. Está constituída por *d*-limoneno con pequeñas cantidades de citral, de metilantranilato de metilo y de otros componentes no bien identificados. Sofistícase generalmente con terpenos de naranja y de limón, esencias de limón y de trementina. La investigación de estas sofisticaciones se lleva a cabo procediendo a las determinaciones del peso específico a 15°; de la destilación fraccionada (1) y del poder rotatorio; del residuo de la evaporación, según los métodos indicados en el art. Esencia de limón.

***

La *esencia genuina* debe presentar los siguientes caracteres: D = 0,852-0,857; poder rotatorio α_D a 20° = + 88° a + 96°; debe hervir entre 175° y 200°; con alcohol de 90° da solución turbia. Por destilación fraccionada, según el método Soldaini-Berté (V. Esencia de limón), ha de dar un destilado con rotación (a 20°) no superior en menos de 3° al de la esencia. Por evaporación ha de dejar un residuo de 3-5 por 100, el cual generalmente es de color rojo marcado.

ESENCIA DE NARANJA DULCE (portugal)

Obtiénese de la corteza de los frutos del *Citrus aurantium* (var. *dulcis*) y es un líquido amarillo de oro, con olor de naranja y sabor aromático dulzaino. Contiene limoneno (aproximadamente 90 por 100), linalol, terpineol, alcohol nonílico, aldehido decílico, ácido caprílico eterificado. Sofistícase como la de naranja amarga, y las sofisticaciones se descubren por las determinaciones del peso

(1) El destilado presenta ligera fluorescencia azul, que se remarca por dilución con alcohol, debida a la presencia del metilantranilato de metilo.

específico a 15°, de la destilación fraccionada, del poder rotatorio, del residuo por evaporación (V. Esencia de limón).

A propósito del *poder rotatorio* hay que advertir que sobre el de esta esencia ejerce la temperatura aun más influencia que en el de la esencia de limón (véase) y para referirlo a la temperatura normal de 20° hay que restar de la rotación observada a temperatura t inferior, el producto de $(20° - t) \times 14'$, o bien agregar a la rotación observada a temperatura t superior el producto $(t - 20°) \times 13'$.

***

Los caracteres de la *esencia genuina* son: D = 0,847 - 0,852; α_D a 20° = + 96° a + 98°; P. de ebullición = 176°-200°.

Dado lo restringido de los límites entre los cuales oscilan el peso específico y el poder rotatorio, es fácil descubrir las sofisticaciones de esta esencia.

Por destilación fraccionada por el método Soldaini-Berté (V. Esencia de limón), la rotación del destilado de la esencia de naranja dulce debe siempre ser superior a la rotación directa de la esencia en 1°30' por lo menos. El residuo de la evaporación debe ser 2-4 por 100.

ESENCIA DE BERGAMOTA

Obtiénese de la corteza de los frutos del *Citrus Bergamia* y se presenta como un líquido verdoso o amarillo verdoso, de olor agradable especial.

Contiene *d*-limoneno, dipenteno; acetato de linalilo (33 - 45 por 100), que forma el componente esencial de que depende su valor; linalol libre; un estearopteno inodoro, llamado bergapteno (aproximadamente 5 por 100); pequeñas cantidades de substancias grasas, resinosas y ceroides.

Además de la esencia descrita, que es la más común y apreciada, existen aún las siguientes clases secundarias de aceite de bergamota: *Negro de bergamota*, que se obtiene de los frutos verdes, caídos o corrompidos, y es un líquido pardo obscuro, con olor picante menos agradable que el de la esencia normal. *Destilado de bergamota*, que se obtiene destilando con agua los residuos (heces) del tratamiento a máquina de las bergamotas, y es un líquido incoloro o amarillento, con fuerte olor a cocido.

La esencia de bergamota está sujeta a muchas sofisticaciones. Por ejemplo: con esencia de trementina, esencia o terpenos de naranja, aceites grasos, ceras, resina, bálsamos de gurium y del Canadá, aceite de cedro, aceites minerales, compuestos clorurados de la esencia de trementina, ácidos orgánicos, éteres compuestos varios (dietilsuccínico, trietilcítrico, dietiloxálico, acetato de terpinilo, éteres de los ácidos oleico, ftálico, tartárico, acetinas). A estas sofisticaciones se procede generalmente con cierto criterio, es decir

agregando a la esencia genuina cantidades tales de dos o más adulterantes, oportunamente elegidos, que no resulten sensiblemente alterados los caracteres de la esencia pura (1).

Además de las esencias sofisticadas se hallan también en el comercio *Esencias de bergamota artificiales*, compuestas, por ejemplo, de triacetina, terpenos, y un poco de esencia de bergamota, que se emplean directamente, o mejor para diluir la esencia pura (2). Por fin, hay que recordar que a veces la esencia normal se diluye también con el negro o el destilado de bergamota ya mencionados.

La investigación de las sofisticaciones, para poder deducir si una esencia es o no genuina, se logra con el análisis completo, que comprende las siguientes determinaciones y reconocimientos:

1. Caracteres organolépticos - Peso específico - Poder rotatorio - Solubilidad en alcohol de 90° y de 80°.—Estas determinaciones se llevan a cabo según las prescripciones señaladas en Métodos generales.

Respecto al poder rotatorio hay que observar que, puesto que se trata de un líquido colorado, debe hacerse la observación en tubo de 2 ó 2,5 cm y referirla luego a 10 cm; la temperatura conviene que sea de 15° a 20°.

2. Números de acidez y de los éteres.—También éstos se determinan como se ha indicado en la pág. 395. La acidez se expresa también en ácido acético por ciento (núm. de acidez $\times$ 0,1071 = $C_2H_4O_2$ por 100). Del número de los éteres se deduce el contenido en acetato de linalilo mediante la fórmula $\frac{N.\ E. \times 196}{560}$. Del tanto por ciento de éter linalilacético así hallado se resta el deducido del tanto por ciento del residuo de la evaporación dejado por la esencia en examen (n. 3).

3. Residuo de la evaporación.—Evapóranse 5 gr de esencia al baño maría, en capsulita tarada, hasta desaparición del olor; luego se pesa el residuo y se refiere a 100 gr de esencia.

En este residuo, disuelto en un poco de alcohol neutro, se determinan los números de acidez y de los éteres, que son debidos a las substancias resinosas, grasas y ceroides contenidas naturalmente en la esencia de bergamota. Del número de los éteres se deduce el correspondiente tanto por ciento de acetato de linalilo (n. 2), y después la cantidad de este éter contenido en el tanto por ciento de residuo dejado por la esencia, mediante la fórmula $\frac{n \times r}{100}$ (siendo *n*

(1) Por ejemplo, junto con la esencia de trementina, o con los terpenos de limón o de naranja, que rebajan el peso específico y el contenido en éteres, se agregan aceites grasos, resina, bálsamos, éteres sintéticos, que producen opuestos efectos.

(2) Una muestra de tales productos analizada por Corn (*Ann. Lab. Chim. Centrale Gabelle*, vol. VII, pág. 89) tenía D = 1,062; $\alpha_D = +13°$; Número saponificación = 555.

el tanto por ciento de acetato de linalilo en el residuo, *r* el por ciento de residuo dejado por la esencia). El acetato de linalilo del residuo se resta del hallado en la esencia como en el n. 2.

4. **Destilación fraccionada** (*Método Romeo* y *Moricca*).—Destílanse a presión reducida (20-30 mm), calentando con baño de aceite, o bien también a la presión ordinaria calentando directamente, 30 cm^3 de esencia y se recogen dos fracciones de 5 cm^3 exactos. Determínase el poder rotatorio (a 15°-20°), refiriéndolo a un tubo de 10 cm, de las dos fracciones destiladas y del residuo de la destilación.

Hállase luego el promedio de las rotaciones de las dos fracciones destiladas, reducidas a minutos, que representa la rotación que obtendría destilando-$^1/_3$ de la esencia; este promedio se divide por la rotación directa de la esencia en examen (determinada según el n. 1), también reducida a minutos; el cociente que así se obtiene, representa la *razón* entre la rotación de la esencia y la del producto ($^1/_3$) de su destilación.

5. **Investigación de los aldehidos.**—Trátanse con el reactivo de Schiff (Métodos generales n. 10) unos 2 cm^3 de esencia disueltos en alcohol purísimo: en presencia de aldehidos aparece en seguida un color rojo fucsina. O bien calentando 2-3 cm^3 de esencia disueltos en 10-15 cm^3 de alcohol purísimo, con una pequeña cantidad de clorhidrato de metafenilendiamina: en presencia de aldehidos aparece una coloración amarilla obscura (es tolerable un ligero tinte amarillo).

6. **Investigación de las acetinas.**—Aplícase el siguiente método (1): 10 cm^3 de esencia se sacuden repetidamente con 40 cm^3 de alcohol diluído de 10° en el cual la acetina es fácilmente soluble y la esencia prácticamente insoluble; déjase en reposo, y después se separa el líquido hidroalcohólico, filtrándolo con un filtro mojado con el mismo alcohol; lávase la esencia y el filtro con otras pequeñas cantidades de alcohol de 10°; evapóranse al baño maría los líquidos alcohólicos hasta pequeño volumen (5-10 cm^3). Trátase este residuo con alcohol neutro, neutralízase con hidrato potásico $\frac{N}{10}$ (indicador fenolftaleína), se saponifica con hidrato potásico $\frac{N}{2}$ del modo habitual, y se tienen en cuenta los centímetros cúbicos de KOH $\frac{N}{2}$ necesarios para la saponificación.

Terminada esta operación, se evapora a sequedad; trátase el residuo con una mezcla de 2 volúmenes de alcohol absoluto y 1 volumen de éter anhidro; se filtra; se evapora el disolvente y el nuevo residuo se calienta con bisulfato potásico: en presencia de glicerina (producto de saponificación de las acetinas) se desprende olor de acro-

(1) Coen E., *Ann. Labor. chim. centrale Gabelle*, vol. VII, pág. 89.

leína, cuyos vapores tiñen de azul obscuro una tira de papel mojada con solución reciente de nitroprusiato sódico y piperidina.

7. **Investigación del acetato de terpinilo** (*Método Schimmel*).—La saponificación del acetato de linalilo de la esencia de bergamota se completa al cabo de 1/4 a 1/2 hora como máximo de ebullición con la potasa alcohólica $\frac{N}{2}$; el acetato de terpinilo en cambio requiere la ebullición por 1 hora al menos con el álcali para ser del todo saponificado. Para revelar la existencia de este último se practican sobre la esencia en examen dos determinaciones del número de saponificación por el método indicado en la página 395, pero en un caso calentando no más de 1/2 hora, y en el otro 1 hora o algo más: si los dos números coinciden o difieren en no más de 2, la esencia no contiene acetato de terpinilo; si la diferencia entre los dos números es mayor de 2, la presencia de este éter queda probada (el 5 por 100 de acetato de terpinilo da una diferencia de 3,5; el 10 por 100 de 5,5; el 25 por 100 de 11, aproximadamente).

8. **Investigación de otros éteres y ácidos fijos** (*oxalatos*, *tartratos*, *succinatos*, *citratos*).—Saponifícase del modo acostumbrado cierta cantidad de la esencia en examen (a ser posible 10-20 cm^3 o más); se neutraliza el exceso de álcali con ácido clorhídrico en presencia de fenolftaleína; se expulsa el alcohol al baño maría; se diluye con agua; se extrae con éter y en la solución acuosa se buscan los ácidos oxálico, tartárico, succínico, cítrico, con los usuales métodos analíticos.

9. **Reconocimiento de los compuestos clorurados de la esencia de trementina.**—Saponifícase la esencia con potasa alcohólica (exenta de cloruros), se evapora a sequedad, se calcina y en el residuo se buscan los cloruros.

* * *

Los caracteres de la Esencia de bergamota genuina son los siguientes: D = 0,880-0,887; α_D = + 7° a + 25° (ordinariamente + 10° a + 20°). P. de ebullición = 180 y más grados. Núm. de saponificación = 95-130. Núm. de acidez = hasta 3,5 (en las esencias de buena calidad la acidez en ácido acético oscila entre 0,15 y 0,20 por 100; en las esencias viejas puede llegar hasta 0,4 por 100, pero no más). Contenido en acetato de linalilo, 33-45 por 100 (según el grado de madurez de los frutos, la calidad de la cosecha, la procedencia, etc.). Es soluble en 1/2 volumen y más de alcohol de 90°, y 1 volumen de alcohol de 80°, pero con este último puede quedar a veces un líquido opalino.

Una esencia de bergamota que deje de corresponder a alguno de los caracteres específicos más importantes antes señalados para las esencias genuinas debe considerarse desde luego como sofisticada, como por ejemplo, una esencia que tenga D inferior a 0,880 o superior a 0,887; α_D inferior a + 7° o superior a + 25°; que contenga menos de 33 por 100 o más de 45 por 100 de éteres calculados como acetato de linalilo; que no se disuelva completamente en 1/2 volumen de alcohol de 90°.

Pero dados los límites entre los cuales oscilan esos caracteres y dada la complexidad de los fraudes ya señalados, hay que tener presente que una esencia de bergamota puede estar sofisticada aun presentando los caracteres normales; en estos casos la apreciación de la pureza no puede darse más que en vista de un análisis completo que comprenda todas las determinaciones e investigaciones señaladas. A propósito de las cuales, cuando se quiera establecer conclusiones, téngase presente que:

Un *color* muy obscuro, con aumento del peso específico, denota la presencia del negro de bergamota; olor especial de cocido o quemado, con descenso del peso específico y escasa cantidad de éteres (1), es indicio de la presencia de destilado de bergamota.

Un *peso específico* inferior a los límites normales es indicio de presencia de esencia de limón, de terpenos de limón y de naranja, de aceites minerales; si fuese más alto sería indicio de grasas, de bálsamos, de resina.

El *poder rotatorio* es aumentado por la esencia de limón y por los terpenos; rebajado por la esencia de trementina levógira; por los aceites minerales, etc.

La incompleta *solubilidad* en el alcohol de 90° indica presencia de terpenos, esencia de trementina, aceites minerales.

Una *acidez* superior a la indicada para la esencia genuina puede ser debida a la adición de ácidos orgánicos.

El *residuo de la evaporación* de las esencias genuinas es 5-6 por 100, y tiene un número de éteres de 136-180, correspondiente a 47,6-63 por 100 de éter linalilacético; y por lo tanto a 5-6 gr de residuo corresponden aproximadamente 2,4-3,8 gr de acetato de linalilo. La esencia de limón, los terpenos, el destilado de bergamota, los aceites minerales, rebajan el residuo de la evaporación; los aceites grasos, los bálsamos, la resina, algunos éteres fijos lo aumentan, elevando al mismo tiempo el número de saponificación.

A propósito del *ensayo por destilación fraccionada* téngase presente lo que sigue: En las esencias genuinas la segunda fracción destilada tiene poder rotatorio inferior al de la primera; el residuo tiene poder rotatorio positivo, hasta unos + 2° para las esencias de rotación directa hasta unos + 16°, y hasta unos + 6° para las esencias de rotación directa mayor.

La *razón* entre la rotación directa de la esencia y la del destilado a $^1/_3$ es tanto mayor cuanto más baja es la rotación de la esencia; según que se destile a presión reducida de 20-30 mm o a la presión ordinaria, esas razones oscilan entre los siguientes límites:

Rotación de la esencia	Razón a presión reducida	Razón a presión ordinaria	Rotación de la esencia	Razón a presión reducida	Razón a presión ordinaria
°			°		
10	3,4	2,7	16	2,4	2,0
11	3,2	—	17	2,3	1,8
12	3,0	—	18	2,2	—
13	2,8	2,5	19	2,1	1,7
14	2,6	2,3	20	2,0	—
15	2,5	2,0			

(1) La densidad del negro de bergamota es 0,890-0,896; y contiene 20-35 por 100 de acetato de linalilo. La densidad del destilado de bergamota es aproximadamente 0,865 y contiene 3-6 por 100 de acetato de linalilo.

Si la rotación de la segunda fracción destilada es superior a la de la primera, indicará la presencia de esencia de limón, de terpenos, de esencia de trementina (si esta última es dextrógira sólo se podrá revelar cuando exista en cantidad no inferior al 10 por 100); y en tal caso el residuo de la destilación tendrá rotación superior a + 2° ó + 6° según la rotación directa de la esencia en examen.

Si la razón entre la rotación directa de la esencia en examen y la de su destilado a $^1/_3$ es inferior a la razón indicada en la tabla precedente para una esencia genuina de poder rotatorio igual o próximo al de la esencia en examen, indicará la presencia de esencia de trementina levógira o poco dextrógira, o bien de cantidad notable (no menos de 10 por 100) de esencia de trementina fuertemente dextrógira.

Las *reacciones de los aldehidos* positivas indican presencia de esencia de limón.

En el ensayo de la *investigación de las acetinas* con esencias genuinas bastan 0,1-0,2 cm^3 de KOH $\frac{N}{2}$ para saponificar la pequeñísima cantidad de extracto del alcohol de 10°; en presencia de acetinas en cambio se necesita un volumen bastante mayor. El ensayo de la acroleína confirma luego si se trata verdaderamente de acetina.

ESENCIA DE LIMÓN

Extráese de la corteza de los frutos del *Citrus limonum* mediante presión a mano o a máquina. Es un líquido amarillo claro, a veces ligeramente verdoso, con olor de limón fresco; con el tiempo se resinifica, se decolora y adquiere un olor resinoso especial. Está compuesto en su mayor parte (aproximadamente 90 por 100) de limoneno; contiene además pequeñas cantidades de otros terpenos, además de citral (que determina el valor, contribuyendo en gran parte a dar el aroma) y otros aldehidos y vestigios de éteres.

Las sofisticaciones más usuales se llevan a cabo con esencia de trementina, a veces asociada a un poco de esencia de naranja, y con terpenos de limón o de naranja; rara vez con aceite de parafina, aceites grasos, bálsamos. Para descubrir estas sofisticaciones y determinar el valor de la esencia debe procederse especialmente a las determinaciones y reconocimientos siguientes:

1. Caracteres organolépticos - Peso específico - Solubilidad en el alcohol.—Según las prescripciones indicadas en los Métodos generales.

2. Poder rotatorio.—Determínase ya sobre la esencia directamente, ya sobre los productos de destilación.

A) Sobre la esencia.—Se procede como está expuesto en Métodos generales. Pero debe tenerse presente que la rotación de la esencia de limón está influída por la temperatura y por esto para tener datos comparables se deben hacer las observaciones a una misma temperatura, que hoy es habitualmente de 20°. En caso

de haber hecho la determinación a otra temperatura t, se procede a una corrección para reducirla a 20°, de manera que si la observación ha sido hecha a temperatura inferior a 20°, hay que restar del número de grados observado, tantas veces 9 minutos cuantos eran los grados de temperatura por debajo de 20°, y si la observación se hizo a temperatura superior a 20°, habrá que agregar al número leído tantas veces 8 minutos cuantos eran los grados de temperatura por encima de los 20°.

B) SOBRE LOS PRODUCTOS DE DESTILACIÓN.—Procédese según dos métodos igualmente buenos, y que especialmente en los casos de duda deben seguirse uno y otro.

1. *Método Soldaini y Bertè.*—En un matraz de destilación de tres bolas (pág 394) de 70-75 cm^3 de capacidad, se introducen 20 cm^3 de la esencia en examen y algunos fragmentos de pómez; enlázase el matraz a un refrigerante y se cierra con tapón de corcho atravesado por un termómetro. Alrededor del matraz, que debe descansar sobre una tela metálica revestida de amianto, se dispone un manguito de cartón de amianto, que lo rodee a la distancia aproximadamente de 1 cm y llegue hasta casi la primera bola inferior del cuello del matraz. En el extremo libre del refrigerante se pone un tubo graduado. Hácese hervir el aceite, a la presión ordinaria, regulando la ebullición de modo que en el tubo graduado caiga una gota de destilado cada dos segundos aproximadamente. Cuando el *destilado* ha alcanzado en el tubo graduado un número de centímetros cúbicos igual a la mitad de los puestos a destilar, es decir 10 cm^3, se separa el tubo y se reemplaza por otro tubo de ensayo ordinario, y luego se apaga la llama. Las escasas gotas de líquido que todavía destilan, una vez apagada la llama, se vierten en el matraz para reunirlas con el *residuo* de la destilación.

El destilado así obtenido, que de ordinario está turbio por la presencia de pequeñas cantidades de agua, se agita con un poco de sulfato sódico anhidro, se filtra, y se polariza en tubo de 10 cm, teniendo en cuenta la temperatura. El grado polarimétrico se refiere luego a la temperatura de 20°.

De la rotación así obtenida, comparada con la de la esencia como se ha obtenido en a, se deduce si la esencia es genuina o está mezclada con esencia de trementina o terpenos del limón (Véase además las deducciones).

2. *Método Schimmel.*—Procédese de modo idéntico al descrito en 1, pero empleando 50 cm^3 de esencia, y por lo tanto un matraz de unos 100 cm^3, y recogiendo el primer décimo destilado, es decir, 5 cm^3. El destilado, agitado con un poco de sulfato sódico anhidro y filtrado, se polariza en tubo de 2 cm; la rotación observada se multiplica por 5 y se refiere a la temperatra de 20°.

También con este método, de la rotación así obtenida (la cual

es distinta de la del método precedente), comparada con la rotación de la esencia, se hacen deducciones para establecer la genuinidad de la esencia ensayada y sus sofisticaciones (Véanse, además, las deducciones).

3. Residuo de la evaporación.—Evapóranse en cápsula, al baño maría, 5 gr de esencia hasta desaparición de olor marcado; una vez frío se pesa el residuo, y se vuelve al bano maría por otra media hora y se vuelve a pesar.

4. Determinación del citral.—Empléase comúnmente el siguiente *Método Berté*, basado en la diferencia de rotación entre la esencia sin preparar, y la misma privada de los aldehidos mediante un bisulfito alcalino.

En un matraz cónico de unos 250 cm^3 se introducen 10 cm^3 de la esencia en examen y 50 cm^3 de una solución saturada de bisulfito potásico; ciérrase el matraz con tapón provisto de tubo de vidrio de unos 45 cm de longitud; sacúdese bien con objeto de emulsionar los dos líquidos; pónese al baño maría por 10 minutos, agitando con frecuencia y procurando que el líquido no se caliente demasiado; déjase enfriar completamente: vuélvese al baño maría por otros 5 minutos, siempre agitando enérgicamente; déjase enfriar a la temperatura del ambiente. Pásase el líquido a un embudo de llave de 100 cm^3, donde se deja hasta que la esencia no atacada por el bisulfito pase a formar una capa líquida superficial; se da salida por la llave al líquido acuoso inferior; sacúdese la esencia con un poco de sulfato sódico anhidro, en el mismo embudo; se filtra y se polariza en tubo de 10 cm, a la *misma temperatura* a que se ha determinado previamente la rotación directa de la esencia en examen. De la diferencia entre las dos rotaciones se deduce el tanto por ciento (en volumen) de aldehidos C, mediante la fórmula

$$C = \frac{100\,(A - \alpha)}{A}$$

siendo α la rotación directa de la esencia y A la rotación de la esencia privada de aldehidos.

Además del método expuesto, que es sencillo, rápido y si no exactísimo, da por lo menos resultados comparables, existen otros métodos (1), pero no todos ellos están exentos de inconvenientes ni son exactos.

---

(1) Entre los demás métodos de determinación del citral (aldehidos) hay que citar los de Soldaini y Berté y de Romeo (V. *Annali del Laboratorio della Camera di Commercio di Messina*, 1908). En el comercio de la esencia de limón se requieren a veces también los métodos de Kleber a la fenilhidracina, o de Walther y Bennett a la hidroxilamina (V. *Nuova Enciclopedia di Chimica* de J. Guareschi, vol. IX, pág. 1229); este último da resultados inferiores a los otros.

5. Investigación de la esencia de naranja.—Trátanse 1-2 gotas de la esencia en examen con 15-20 gotas de una solución de bromo en cloroformo al 5 por 100: si la esencia de limón es pura el líquido queda incoloro; si contiene naranja queda amarillo.

Tratando la esencia pura con el bisulfito, para la determinación de los aldehidos, no se observa coloración alguna, mientras que si existe esencia de naranja se forma un precipitado amarillo.

***

Los *caracteres* de la esencia de limón *genuina* y las *deducciones* que de su examen se pueden sacar son los siguientes:

Caracteres organolépticos.—La esencia genuina tiene color y olor normales. Una adición muy notable de terpenos hace palidecer el color; la esencia a máquina es de más color que la esencia a mano.

Peso específico.—La esencia genuina tiene D = 0,855-0,861. La esencia a mano tiene peso específico ligeramente inferior a la de máquina. Los terpenos rebajan este carácter; los aceites grasos y bálsamos lo elevan.

P. de ebullición.—La esencia genuina hierve a 173°-220° aproximadamente; la mayor parte destila a 174°-178°.

Solubilidad en alcohol.—La esencia genuina es soluble en 5 volúmenes de alcohol de 90°, a veces dando líquido opalino; no es completamente soluble en alcohol más diluído.

Poder rotatorio.—El poder rotatorio de la esencia genuina sin preparar puede variar entre + 55° y + 67° y depende del lugar de origen de los frutos, de su grado de madurez, de la marcha de la vegetación y de otras causas. Las rotaciones más bajas (alrededor de 56° y aun menores) corresponden a las esencias provenientes de limones mal desarrollados (*bastardoni*) o demasiado maduros o alterados, o a esencias mal conservadas.

Las rotaciones elevadas (64°-67°) corresponden a las esencias de los alrededores de Siracusa y de Barcellona (Mesina).

La esencia de trementina rebaja el poder rotatorio; pero dados los límites entre los cuales puede oscilar este carácter en la esencia de limón, y tenido en cuenta que existen esencias de trementina levógiras hasta — 40° y dextrógiras hasta + 80° aproximadamente (por 10 cm de espesor), además de que el descenso producido por este sofisticante puede compensarse con la adición de esencia de naranja ($\alpha_D = +96°$ a $+98°$), es fácil comprender que la mera determinación del poder rotatorio no es siempre suficiente para descubrir los fraudes. Resultados más atendibles se obtienen asociando esta determinación a la destilación fraccionada, mediante la cual se acumula en las primeras fracciones destiladas una mayor cantidad de esencia de trementina, que hierve a temperatura ligeramente inferior a la de la esencia de limón.

Poder rotatorio de los productos de destilación.— Las esencias genuinas dan por *destilación según Soldaini-Berté* un destilado con rotación superior (de 0°10′ a unos 2°) o por lo menos igual (raramente), a la directa de la esencia (1), y un residuo con rotación inferior.

---

(1) La esencia de «bastardoni» puede dar un destilado con rotación *ligeramente* inferior.

En presencia de esencia de trementina levógira o poco dextrógira, aun en pequeña cantidad (2-5 por 100) el destilado tiene rotación inferior a la de la esencia. La esencia de trementina fuertemente dextrógira o los terpenos de limón producen el mismo efecto, con tal de que existan en cantidad no inferior al 15 por 100.

El residuo de la destilación tiene poder rotatorio más alto que el de la esencia cuando existen notables cantidades de esencia de naranja.

En la *destilación según Schimmel* las esencias genuinas dan un destilado ($^1/_{10}$ de la esencia) con rotación inferior a la directa de la esencia y un residuo con rotación superior. La diferencia entre la rotación de la esencia y la rotación del primer décimo destilado oscila, en la mayor parte de los casos, entre 1° y 4°; rara vez llega a 4°30′ y sólo con la esencia de limones «bastardoni» puede llegar a 5°-6°.

En presencia de esencia de trementina levógira (hasta con menos de 5 por 100) o dextrógira (más del 5 ó del 10 por 100 según la rotación) y de terpenos (no menos de 15 por 100) la diferencia entre la rotación de la esencia y la del primer décimo destilado es superior a los 4°.

Residuo por evaporación.—Las esencias genuinas obtenidas a mano dejan 2-3,5 por 100 de residuo; las obtenidas a máquina pueden dejar hasta 5 por 100. Hay que advertir no obstante que estas últimas, por destilación según el método Soldaini y Bertè dan de ordinario un destilado con rotación superior en unos 2° a la directa de la esencia.

Los aceites grasos, las ceras, el aceite de parafina, los bálsamos, aumentan el residuo de la evaporación.

Contenido en citral.—Con el método Bertè se halla en las esencias genuinas de 6 a 7,5 por 100 aproximadamente (en volumen) de aldehidos totales.

En *conclusión*: cuando alguno de los caracteres de una esencia de limón en examen salga de los límites señalados para las esencias genuinas, se tratará seguramente de un producto sofisticado. Que los caracteres se mantengan entre aquellos límites no siempre es garantía de la pureza del producto. Para la apreciación hay que verificar todas las determinaciones e investigaciones descritas, teniendo en cuenta el conjunto de los resultados.

Otros aceites esenciales

Los aceites esenciales más comunes, además de los de agrios, están señalados en la tabla XXXVI, en la cual, además de los datos referentes a los caracteres físicos y químicos más importantes, determinados según los métodos generales, se indican también los componentes principales y las sofisticaciones más probables de los distintos aceites. Para descubrir esas falsificaciones, se siguen los procedimientos descritos en Métodos generales.

En general, cuando los diversos caracteres salen de los límites hasta ahora admitidos para un aceite (tabla XXXVI) se puede estar seguro de que el aceite no es genuino, y cuando los caracteres son muy próximos a

los límites extremos, se podrá también sospechar la existencia de fraude, que podrá comprobarse por medio de investigaciones especiales.

Cuando los caracteres son normales, el aceite puede considerarse como genuino. Pero debe advertirse que a menudo se preparan los fraudes con tanta sutileza, mezclando en las debidas proporciones las distintas substancias adulterantes, que no se alteran los caracteres del aceite (V. por ejemplo, lo expuesto en los artículos referentes a las Esencias de bergamota y de limón); en tales casos el fraude solamente podrá ser descubierto mediante investigaciones especiales.

TABLA XXXVI. **Caracteres y composición de los aceites esenciales más comunes**

ACEITE ESENCIAL de	PESO específico a 15°	PUNTO de solidificación (grados C)	ROTACIÓN en tubo de 10 cm	ÍNDICE de refracción n_D (*)	PUNTO de ebullición (gr C)	SOLUBILIDAD 1 vol. de aceite en alcohol		
						de 70° vol.	de 80° vol.	de 90° vol.
Abedul (corteza y brotes)	1,180-1,187	—	0	—	217-221	5-8	—	—
Abeto (hojas y brotes)	0,870-0,888	—	— 20 — 60	—	160-200	—	—	5
Ajenjo	0,901-0,955	—	—	1,4935) 1,4960) 15	180-210	—	1-2	—
Alcaravea	0,907-0,915	—	+ 70 + 80	1,4638 15	175-245	—	3-10	1
Almendras amargas	1,045-1,070	—	0	1,5500 12 1,5420) 1,5463) 15	178-180	1,5-2	—	solubilís.
Anís	0,980-0,990 (a 20°)	15-20	— 1 — 2	1,5566 10	209-230	—	—	2-3
Anís estrellado	0,970-0,990 (a 20°)	14-18	± 2	1,5430) 1,5500) 15	—	—	—	3
Badiana (V. Anís estrellado).	—	—	—	—	—	—	—	—
Bálsamo copaiba	0,900-0,910	—	— 7 — 35	1,5045 15	250-275	insol.	insol.	difícil. solub.
Íd. íd. africano	0,917-0,918	—	+ 16 + 22	—	—	insol.	insol.	insol.
Bálsamo Gurium	0,915-0,930	—	— 35 — 130	—	255-256	insol.	insol.	insol.
Cajeput	0,920-0,930	—	0 — 2	1,4611 25 1,4680 15	175-252	3-5	1	—
Camomilla común	0,930-0,945	0	0	1,4620 12 1,5110) 1,4710) 15	105-300	—	—	8
Camomilla romana	0,905-0,915	—	+ 1 + 3	—	147-250	6	—	—
Cananga	0,910-0,940	—	— 17 — 55	—	—	—	—	poco solub.
Canela Ceylán	1,023-1,040	—	— 1	1,5353) 1,6000) 15	220-241	3	—	—
Íd. íd. (hojas)	1,044-1,065	—	— 1	—	—	3	—	—
Canela de la China	1,055-1,070	—	— 1 + 6	1,5800) 1,6016) 15	240-260	3-4	1-2	—
Cassia (V. Canela de la China).	—	—	—	—	—	—	—	—
Cedro (madera de Juniperus virginiana L.).	0,945-0,960	—	— 20 — 40	1,5050 12 1,5300 15	271-285	—	—	10-20

(*) Los números a la derecha indican la temperatura.

NÚMERO de saponificación	COMPONENTES PRINCIPALES del aceite	SOFISTICACIONES más comunes
—	Salicilato de metilo (98-99 %); éteres, parafina	Aceites minerales, esencia de trementina.
12-32	1-Pineno, 1-limoneno, cadineno felandreno, sesquiterpenos; acetato de bornilo (4-11 %).	Esencia de trementina, petróleo.
15-110	Tuiona (Absintol), alcohol tuílico y sus éteres (acético, isovaleriánico, palmítico); felandreno, cadineno, aceite azul (Azuleno)	Esencia de trementina.
—	Carvona (50-60 %); d-limoneno	Esencia de trementina; terpenos de alcaravea.
—	Benzaldehido; ácido cianhídrico (1,5-4 %); feniloxiacetonitrilo.	Benzaldehido artificial; nitrobenzol.
—	Anetol (80-90 %); metilcalvicol, terpenos.	Esencia de hinojo, terpenos de anís, espermaceti, aceites grasos, esencia de trementina. Ensayos más importantes: punto solidif., solubilidad en alcohol.
—	Anetol (80-90 %); terpenos, metilcalvicol	Id.
—	—	—
—	Sesquiterpeno (Cariofileno)	—
—	—	—
—	Sesquiterpenos.	—
—	Cineol, terpineol; pineno. valeraldehido, benzaldehido (pequeñas cantidades).	Esencia de trementina, aceite de romero, aceite de alcanfor. Puede contener vestigios de Cu.
45 aprox.	Terpenos; éteres del ac. caproico; aceite azul (Azuleno o Ceruleína).	Aceite de cedro, esencia de trementina.
250-300	Butirato, angelato, tiglinato de isobutilo, amilo, exilo; parafina (Antemeno), alcanfor (Antemol).	Íd.
10-30	Como los del aceite de ilang-ilang	Aceite de coco.
—	Aldehido cinámico (65-76 %); eugenol (4-10 %); pineno, felandreno, cimol, cariofileno, linalol.	Aceite de hojas de canela, aceite de canela de la China. Ensayos más importantes: determinación de aldehidos y del eugenol.
—	Eugenol (70-90 %); aldehido cinámico (menos de 1 %); hidrocarburos.	—
—	Aldehido cinámico (75-90 %), acetato de cinamilo; hidrocarburos.	Aceite de cedro o de gurium; aceite mineral; colofonia; aceites grasos. Puede contener vestigios de Pb.
—	—	—
—	Alcanfor de cedro; hidrocarburos	—

Sigue TABLA XXXVI

ACEITE ESENCIAL de	PESO específico a 15°	PUNTO de solidificación (grados C)	ROTACIÓN en tubo de 10 cm	ÍNDICE de refracción n_D	PUNTO de ebullición (gr. C)	SOLUBILIDAD 1 vol. de aceite en alcohol		
						de 70° vol.	de 80° vol.	de 90° vol.
Cidra (corteza) . . .	0,871	—	+67	—	177-220	—	—	—
Cidronela (Andropogon Nardus L.)	0,886-0,920	—	0 — 21	1,4659 21	200-240	—	1-2	—
Clavos de especia . .	1,044-1,070	—	± 1	1,5420 12 1,5290 15 1,5312 17	250-260	2	—	—
Íd. (tallos)	1,040-1,065	—	± 1	—	—	2	—	—
Cominos.	0,90-0,970	—	+4 +8	1,4903 10 1,4930 12	180-230	—	3	—
Coriandro	0,870-0,890	—	+8 +13	1,4652 10	150-200	3	—	—
Cubeba	0,910-0,930	—	— 25 — 40	1,5011 10 1,4970 16	175-300	—	—	1-10
Díctamo (V. Orégano crético)	—	—	—	—	—	—	—	—
Enebro bayas) . . .	0,860-0,885	—	— 11 — 19	1,4793 15	150-300	—	—	8-10
Espliego.	0,905-0,915	—	+3 +7	—	166-186	2-3	—	—
Estragón (Artemisia dracunculus L.).	0,900-0,960	—	+2 +9	—	200-206	—	10	—
Eucalipto (Eucaliptus globulus).	0,910-0,930	—	+1 +15	—	170-190	3	—	—
Flores de naranjo amargo (Neroli).	0,870-0,880	—	0 +8	1,4676 18	173-180	—	1-2	—
Gaulteria	1,180-1,187	—	0 — 1	—	218-221	6	—	—
Geranio (Pelargonium spec.).	0,890-0,907	—	— 6 — 16	—	216-222	2-3	—	—
Íd. de la India o de Turquía (V. Palmarosa).	—	—	—	—	—	—	—	—
Guayaco (madera) . .	0,965-0,975 (38°)	30-50	— 7 (30°)	—	—	1	—	—
Hinojo	0,965-0,977	3-6	+12 +24	1,4834 12 1,5485 15	190-225	—	6-8	1
Ilang-ilang.	0,930-0,950	—	— 38 — 45	—	—	—	—	2
Laurel-cerezo (hojas) .	1,054-1,066	—	0	—	—	2	—	—
Lavanda francesa . .	0,885-0,895	—	— 3 — 9	1,4670 12 1,4648 20	200	3	—	—
Íd. inglesa	0,885-0,900	—	— 1 — 10	—	200	3	—	—

NÚMERO de saponificación	COMPONENTES PRINCIPALES del aceite	SOFISTICACIONES más comunes
—	Limoneno, citral.	Aceite de limón.
—	Geraniol y citronelal (50-80 %): terpenos; metileptenona; borneol	Aceites minerales, aceites grasos.
—	Eugenol (80-90 %); acetileugenol (2-3 %): cariofileno; furfurol, metilamilcetona, ácido salicílico (en pequeña cantidad).	Aceite de tallos de la misma planta; aceites de cedro, copaiba o gurium; ácido fénico; esencia trementina. Ensayo importante: determ del eugenol.
—	Eugenol (85-95 %); no contiene acetileugenol.	—
—	Aldehido cumínico (70 %); cimol (23 %); terpenos.	—
—	Linalol pineno	Esencia de trementina y aceite de naranja.
—	Pineno o canfeno, dipenteno; sesquiterpenos; alcanfor de cubeba.	—
—	—	—
3-16	Pineno (35 %); cadineno; éteres; alcanfor de enebro.	Esencia de trementina.
15	Pineno, canfeno, cimol, borneol; pocos éteres.	Esencia de trementina; aceite de romero.
—	Metilcavicol; hidrocarburos	—
—	Cineol (55-80 %); pineno; terpineol; aldehidos valérico, butírico, caproico; éteres.	Aceite de Eucalyptus amygdalina (levógiro y constituído por felandreno).
24-55	Limoneno (80-90 %); linalol, acetato de linalilo (8-18 %); geraniol; antranilato de metilo; parafina.	Esencia de agrios, de petitgrain; espíritu; aceites grasos; parafina.
—	Salicilato de metilo (99 %); parafinas, aldehidos (indicios).	Salicilato de metilo artificial.
45-100	Geraniol (35-40 %); tiglinato de geranilo (19-42 %); citronelol (30-40 %); linalol (alcoholes totales 65-80 %); ácidos tíglico, valeriánico, butírico, acético (eterificados).	Esencia de trementina, aceite de cedro, aceites grasos.
—	—	—
4	Guayol (hidrato de sesquiterpeno) . . .	—
—	Anetol (50-70 %); fencona; pineno, limoneno, felandreno, dipenteno.	Esencia de trementina, espíritu, destilados de hinojo.
75-120	Linalol y geraniol y sus éteres; éter cresolmetílico, pineno, cadineno, eugenol, cetonas.	Aceite de coco; aceite de champaca.
—	Benzaldehido, ácido prúsico (3 %); indicios de feniloxiacetonitrilo y alcohol bencílico.	Benzaldehido artificial; nitrobenzol.
86-158	Acetato de linalilo (30-55 %); éteres de ácido butírico, propiónico, valeriánico (pocos); linalol; pineno y cineol (indicios).	Esencia de trementina; aceite de cedro; aceite de espliego; succinato u oxalato de etilo.
14-29	Acetato de linalilo (5-10 %): cineol (mucho)	Id.

Sigue TABLA XXXVI

ACEITE ESENCIAL de	Peso específico a 15º	PUNTO de solidificación (grados C)	ROTACIÓN en tubo de 10 cm	ÍNDICE de refracción n_D	PUNTO de ebullición (gr. C)	SOLUBILIDAD 1 vol de aceite en alcohol		
						de 70º vol.	de 80º vol.	de 90º vol.
Lemongrass (Andropogon citratus D. C.).	0,895-0,905	—	−3 +1	1,4705 24	200-222	2	—	—
Limeta ácida (destil.	0,856-0,868	—	+38 +47	—	—	—	—	4-5
Limeta ácida (p. pres.	0,87-0,90	—	+35 +40	—	—	—	—	4-5
Limeta dulce ital. (corteza).	0,87-0,89	—	+56 +60	—	170-200	—	—	—
Linaloe	0,870-0,895	—	−3 −20	—	200	2-3	—	—
Mandarina (corteza)	0,854-0,858	—	+67 +73	—	175-180	—	—	—
Mejorana	0,890-0,910	—	+5 +22	—	163	—	2	—
Melisa	0,894-0,924	—	0 +0,30	—	—	—	—	—
Menta piperita, americana e inglesa (Mitcham).	0,900-0,920	−8a−20	−18 −33	—	196-250	2-5	—	0-5
Íd. íd. japonesa	0,895-0,900 (24º)	17-18	−30 −42	—	—	3-5	—	—
Íd. íd. italiana.	0,908-0,925	—	−2 −18	1,467-1,468	195-222	—	—	—
Íd. poleo (V. Poleo común).	—	—	—	—	—	—	—	—
Íd. verde o común	0,910-0,930	—	levógiro	1,4840 15	—	—	—	—
Íd. rizada	0,920-0,980	—	−36 −48	—	200-230	—	—	1-2
Mostaza	1,014-1,025	—	0	—	147-153	10	—	solub.
Naranja china (corteza)	0,847-0,848	—	+94 +96	—	—	—	—	4-5
Neroli (V. Flores de naranjo amargo).	—	—	—	—	—	—	—	—
Orégano crético o de Esmirna.	0,915-0,945	—	−3 −13	—	—	3	—	—
Íd. íd. de Trieste.	0,940-0,980	—	±1	—	—	3	—	—
Palmarosa (Andropogon schoenanthus L.)	0,888-0,900	—	±2	1,4753 15 1,4714 21	—	3	—	—
Patchulí	0,950-1,000	—	−40 −68	1,5050 21	280-300	—	—	1
Pelargonio (V. Geranio).	—	—	—	—	—	—	—	—
Petitgrain	0,885-0,900	—	−2 +4	1,4600 21	—	—	2	—
Pino común (hojas y brotes).	0,872-0,890	—	+7 +11 (escoceses −7 −20)	—	160-200	—	—	10

NÚMERO de saponificación	COMPONENTES PRINCIPALES del aceite	SOFISTICACIONES más comunes
—	Citral (70-85 %); metileptenona (1-3); geraniol; terpenos.	Esencia de trementina; aceites minerales; aceites grasos.
6 aprox.	Limoneno y terpenos; poco citral (resid. evap. 3 %)	—
36 aprox.	Limoneno, citral, éteres (resid. evap. 18 %)	—
75	d-Limoneno; acetato de linalilo (26 %); linalol; limetina	—
1-25	Linalol, geraniol; metileptenona, sesquiterpenos (3 %)	Aceites grasos.
—	d-Limoneno; citral (1 %); metilantranilato de metilo; alcoholes.	Esencia de trementina; aceites de limón o de naranja.
10-30	Terpenos; terpineol; borneol, alcanfor?	Esencia de trementina; aceites minerales, aceite de limón, de tomillo; espíritu.
—	Citral; citronelal?.	Substituído por aceite de cidronela o por aceite de limón destilado sobre melisa.
10-40	Mentol total 40-70 %; mentol eterificado 3-15 % (acetato, isovalerianato); mentona (9-12 % aprox.); acetaldehido, isovaleraldehido (indicios); ácido acético, isovaleriánico (indicios); pineno, limoneno, felandreno, cadineno; cineol; sulfuro de dimetilo (indicios).	Esencia de trementina; aceite de menta privado del mentol; aceites de otras mentas.
9-17	Mentol total 70-91 %; mentol eterificado 3-6 %.	Íd.
30-45	Mentol total 44-59 %. mentol eterificado 6-10 %.	Íd.
—	—	—
—	—	—
—	Carvona (56 %); terpenos; linalol	Aceite de cedro; aceite de gurium
—	Isosulfocianato de alilo (más de 90 %)	Sulfuro de carbono; petróleo; espíritu.
—	d-Limoneno (97-98 %); aldehidos, éteres.	—
—	—	—
—	Carvacrol (25-60 %); otros fenoles; linalol; cimol; terpenos.	Esencia de trementina.
—	Carvacrol (60-85 %); cimol; terpenos	Íd.
20-40	Geraniol total (76-93 %); geraniol eterificado (5-11 %); terpenos; metileptenona	Esencia de trementina, aceites minerales, aceite de coco, aceite de cedro, de gurium.
—	Cadineno; alcohol o alcanfor?; aceite azul (Azuleno o Ceruleína).	Aceite de cedro; aceite de cubeba; destilados de patchulí.
—	—	—
110-245	Acetato de linalilo (38-85 %); linalol, geraniol, sesquiterpeno.	Esencia de trementina; aceite de limón; aceite de naranja.
9-12	Pineno, silvestreno, cadineno, acetato de bornilo.	Esencia de trementina.

JUNTA DE INTERCAMBIO Y ADQUISICIÓN DE LIBROS Y REVISTAS PARA BIBLIOTECAS MUNICIPALES

Sigue TABLA XXXVI

ACEITE ESENCIAL de	PESO específico a 15°	PUNTO de solidificación (grados C)	ROTACIÓN en tubo de 10 cm	ÍNDICE de refracción n_D	PUNTO de ebullición (gr. C)	SOLUBILIDAD 1 vol. de aceite en alcohol de 70° vol.	de 80° vol.	de 90° vol.
Pino cembro (hojas) (Cedro de Siberia).	—	—	+29 +30	—	—	—	—	—
Íd. pumilio (hojas y brotes).	0,865-0,875	—	−4 −9	—	156-250	—	—	—
Poleo común	0,930-0,960	—	+17 +23	—	180-230	2	—	—
Romero	0,900-0,920	—	1 +15	1,4750 12 1,4688 66	150-260	—	9-10	0,5
Rosas búlgaro o turco	0,849-0 862 (a 30°)	18-24	−1 −3	1,4423)15 1,4675)	230	—	—	dif. solub.
Íd. francés	0,822-0,840 (30°)	28	−6 −8	—	—	—	—	dif. solub.
Ruda	0,833-0,870	8-10	0 +2	—	170-250	2-3	—	—
Sándalo (palo) (Santalum album L.).	0,974-0,985	—	−16 −21	1,5076)15 1,5100)	275-295	5	—	—
Íd. de Australia (Santalum cygnorum Miq.).	0,953-0,955	semisol.	+5	—	—	—	—	—
Íd de las Indias occidentales (Amyris spec.?).	0,960-0,970	—	+24 +30	—	—	—	—	—
Sasafrás (madera)	1,060-1,090	—	+3 +4	1,5410 12	220-235	—	—	1
Serpol	0,890-0,920	—	−10 −21	—	175-250	—	—	1
Thuia occidentalis L. (hojas y brotes)	0,915-0,935	—	−5 −15	—	160-250	3-4	—	—
Tomillo	0,900-0,935	—	lig. levógiro	1,4755)15 1,4963)	170-180	—	1-2	½
Ulmaria	más de 1	—	—	—	195-200	—	—	—
Verbena (Lippia citriodora Kth.)	0,900-0,919	—	−12 −16	—	200-225	—	—	1,5
Vetiver (Andropogon muricatus Retz).	1,015-1,030	—	+25 +36	—	210-240	—	1,5-2	—

(1) Ensayos más importantes: punto solidific ; número saponificac.; contenido en alcoholes totales y en estearoptenos (V. *Ann. Labor. chim. centrale delle Gabelle*, vol. V. parte 2.ª, pág. 42)

NÚMERO de saponificación	COMPONENTES PRINCIPALES del aceite	SOFISTICACIONES más comunes
—	Pineno	Esencia de trementina.
14-20	Pineno, felandreno, cadineno; acetato de bornilo (5-9 %).	Íd.
—	Pulegona (80 %)	Esencia de trementina.
12-20	Borneol (16-19 %); acetato? de bornilo (5-6 %); alcanfor; cineol; pineno, canfeno.	Esencia de trementina; aceite de alcanfor; aceites minerales.
8-19	Geraniol, citronelol, linalol (alcoholes totales aprox. 66-75 %); acetato de geranilo (aprox. 3 %); hidrocarburos sólidos o estearoptenos (10-20 %).	Aceites de geranio, de sándalo, de guayaco; aceites grasos; espermaceti; parafina. (1)
7-8	Geraniol, etc.; hidrocarburos (26-35 %) . .	Íd.
3-6	Metilnonilcetona (90 %); éteres, aldehidos .	Esencia de trementina; aceites minerales.
5-15	Santalol (90-98 %)	Aceites de cedro, de gurium, de copaiba, de ricino.
—	Santalol (75 %)	—
—	—	—
—	Safrol (80 %); pineno, felandreno (10 %); alcanfor (7 %); eugenol (0,5 %); sesquiterpenos.	Aceite de alcanfor.
—	Cimol; sesquiterpernos; fenoles (1 %) . .	Esencia de trementina; alcohol; aceite de orégano, de poleo.
—	Borneol y sus éteres; tuiona; fencona; pineno	—
—	Timol (20-35; rar. 42 %); carvacrol (poco); cimol; pineno (indicios); borneol, linalol; alcanfor; citral.	Esencia de trementina alcohol; aceites minerales; aceite privado del timol.
—	Aldehido salicílico; salicilato de metilo; terpenos; alcanfor.	—
—	Citral (20-35 %); terpenos; alcoholes, éteres.	Aceite de cidronela y espíritu.
60-80	Éteres; sesquiterpenos	Aceite de sándalo; aceites grasos.

CAPÍTULO IX

TREMENTINA Y SUS PRODUCTOS

La trementina es una oleorresina que fluye de los troncos de algunas coníferas (la trementina llamada de Chio se obtiene de una terebintácea, la Pistacia terebinthus L.), y está constituída esencialmente por ácidos resinosos, resinas neutras (resenos), aceite volátil y pequeñas cantidades de substancias diversas (ácido succínico, principios amargos, materias colorantes, agua) Mediante destilación de las trementinas se obtiene el *Aguarrás*, que rectificado da la *Esencia de trementina*; el residuo de la destilación constituye la *Colofonia*. Por destilación seca de esta última se obtienen los *Aceites de resina*. En el presente capítulo se trata del producto natural, es decir, de la trementina, y de los productos que de ella se obtienen.

TREMENTINA

Según el origen, distínguense las siguientes principales y más comunes variedades de trementina:

a) *Trementina de pino o común*, proveniente del Pinus pinaster Sol., del P. sylvestris L., del P. laricio Poir. (*Trementina francesa, de Burdeos, de las Landas*), del P. toeda L., del P. australis Mich. (*Trementina americana*). Es pastosa, más o menos espesa, granulosa, turbia, de color blanco sucio o amarillento, de olor fuerte especial. Por el reposo se separa en dos estratos, el superior flúido, ambarino, y el inferior pastoso, denso; al microscopio presenta estructura cristalina; al aire se deseca con facilidad; es soluble en alcohol de 96° (salvo que contenga impurezas extrañas) y no completamente en 3 partes de alcohol de 85°,5 en frío.

b) *Trementina de alerce o de Venecia,* llamada también *Trementina fina*, proveniente del Larix europea D. C. Es semilíquida, translúcida, viscosa, de color amarillento o verdoso, con olor aromático particular; es muy poco secante; disuélvese fácilmente en alcohol de 96° y también en 3 partes de alcohol de 85°,5 en frío.

Además de las mencionadas trementinas genuinas naturales, se

hallan en el comercio productos artificiales (*Sucedáneos de la trementina, Trementina artificial*) a base de colofonia, aceites de resina, aceites grasos, esencias de trementina o de pino o de resina, que imitan bastante bien los caracteres externos ya de la trementina común o de pino, ya de la de alerce, salvo el olor, que en esos productos artificiales nunca es balsámico especial como el de las trementinas naturales.

El análisis de las trementinas se practica generalmente con objeto de establecer su valor comercial, relativamente a su pureza o a su rendimiento en esencia, o bien a fin de establecer la calidad, o si se trata o no de productos artificiales.

Las principales investigaciones y determinaciones que pueden llevarse a cabo son las siguientes:

1. Determinación de las impurezas o substancias extrañas sólidas.—Unos 100 gr de trementina se disuelven en una cantidad igual de esencia de trementina, calentando ligeramente al baño maría; fíltrase por filtro tarado, recogiendo en él todas las substancias insolubles, que se lavan con más esencia, se desecan y se pesan.

2. Determinación del agua.—El líquido filtrado de la operación anterior se recoge en una probeta graduada, y se deja en reposo; el agua se recoge en el fondo de la probeta y se mide.

3. Determinación de la esencia.—En un matraz de destilación fraccionada se introducen 100 gr de trementina y se destilan, recogiendo lo que pasa a menos de 250°. El líquido destilado se pesa.

Esta misma determinación puede hacerse también destilando la trementina en corriente de vapor de agua, prolongando la destilación hasta que, junto con el agua, ya no se condensan en el recipiente colector gotículas aceitosas, dejando en reposo los líquidos destilados en una probeta graduada y midiendo por fin el volumen ocupado por la esencia que sobrenada. Multiplicando este volumen por la densidad de la esencia, resulta el peso de esencia contenido en la cantidad de trementina sometida a la destilación.

4. Números de acidez, de saponificación y de los éteres.—Para la determinación de estos números se aplican a las trementinas los métodos ya descritos para la determinación de los mismos números en las substancias grasas (V. tomo I, pág. 502 y sigs.).

Para apreciar más exactamente el punto de neutralidad en la determinación del número de acidez, se puede, una vez disuelta la trementina en alcohol neutro, agregar un exceso de álcali valorado, y determinar luego este exceso con un ácido correspondiente.

5. Distinción de la trementina de alerce de las trementinas comunes de pino.—Los caracteres ya indicados en la pág. 424 son suficientes para distinguir la trementina veneciana de la común. También los números de acidez y de saponificación son algo distintos para estas dos clases de trementina (V. más adelante).

Pero no es fácil reconocer si a una trementina de alerce se le ha mezclado trementina común. Algunos indicios pueden tenerse con el *Ensayo de Walbrun*, que es como sigue:

En una pequeña probeta con tapón esmerilado se introducen 10 gr de la substancia en examen y 30 gr de éter; se agita para disolver y se lleva todo exactamente a la temperatura de 20°,5, que ha de mantenerse constante mientras dure el ensayo; agréganse 8 cm^3 de amoníaco decinormal y vuelve a agitarse: si se trata de trementina de Venecia pura, el conjunto se cuaja en una especie de gelatina, en el término de 11 minutos; si se trata de trementina de Venecia mezclada con trementina común, la gelatinización completa no ocurre hasta más tarde (más de 20 minutos con el 10 por 100 de trementina común).

6. Distinción de las trementinas artificiales de las naturales.— Como se ha indicado, las trementinas artificiales se preparan con colofonia (de ordinario 60-70 por 100), aceite de resina, a veces aceite graso (de ricino), y esencia de trementina (5-10 por 100), de pino o de resina (pinolina), y tienen un olor manifiestamente distinto del de los productos naturales.

Para asegurarse de que se trata de trementina artificial se deberán determinar los productos de destilación hasta 250° o en corriente de vapor de agua (n. 3) y examinar el destilado con los métodos indicados más adelante para la esencia de trementina; determinar su número de acidez y el de saponificación (para los límites véase más adelante).

Además se deberá proceder a la investigación del aceite de resina y de los grasos y hacer algún otro ensayo cualitativo. Estas últimas investigaciones y ensayos se pueden practicar de las siguientes maneras:

a) INVESTIGACIÓN DEL ACEITE DE RESINA.—Disuélvense 5 gr de la trementina en examen en 20 cm^3 de alcohol de 96°, se agregan algunas gotas de solución alcohólica de fenolftaleína y luego, poco a poco, solución acuosa de hidrato potásico al 10 por 100 hasta coloración roja; si la trementina contiene aceite de resina, después de la adición de la potasa, queda un líquido turbio, del cual se separan gotas aceitosas, constituídas por el aceite de resina contenido en la trementina.

b) INVESTIGACIÓN DE LAS GRASAS.—Evapórase la trementina en examen en una cápsula al baño maría, hasta que deja de percibirse olor de esencia, y luego se vierte en un tubo de ensayo y se hace hervir: en presencia de grasas se desprende olor de acroleína, y además, acercando a la boca del tubo de ensayo una varilla mojada en una solución concentrada de nitroprusiato sódico adicionada de algunas gotas de piperidina, la gota de líquido suspendida de la varilla se tiñe de azul intenso. La presencia de las grasas se puede tam-

bién confirmar por el número de saponificación y por el número de los éteres.

c) ENSAYO CON EL ALCOHOL.—1 gr de la trementina en examen se agita, en un tubo de ensayo, con 3 gr de alcohol de 85°,5 y se calienta al baño maría: si la disolución es completa la trementina es natural; si la disolución no es completa o queda el líquido turbio, se trata de trementina artificial o de una mezcla de trementina natural con 10 por 100 al menos de trementina artificial.

***

Las *Trementinas brutas* pueden contener pequeñas cantidades de *substancias extrañas*, como tierra, arena, fragmentos de corteza de árbol, y otras, en general en proporción no superior al 2 por 100. Alguna vez se encuentra también arcilla fraudulentamente agregada.

De ordinario las buenas trementinas no contienen más que pequeñas cantidades de *agua* (menos de 2 por 100); a veces, no obstante, se les incorpora como fraude una cantidad relativamente abundante (hasta 10 por 100).

El contenido en *esencia* puede variar del 15 al 33 por 100. Las trementinas comunes dan ordinariamente alrededor de 20-25 por 100; la de Venecia 15-22 por 100.

En cuanto a los *números de acidez, de saponificación* y *de los éteres* se observa que en general el número de acidez puede variar entre 64 y 165 aproximadamente, el número de saponificación entre 87 y 180 aproximadamente; el número de los éteres depende naturalmente de la diferencia de los dos primeros números.

En particular hay que observar que las *Trementinas comunes* o *de pino* tienen número de acidez de 100-165 y número de saponificación de 108-180, y por lo tanto número de éteres bajo (ordinariamente los números de acidez y de saponificación de este tipo de trementinas oscilan alrededor de 120); la *Trementina de alerce* y tipos semejantes (trementinas finas, en general) tienen número de acidez de 64-101 y número de saponificación de 87-179 y por lo tanto número de éteres más elevado que las precedentes (ordinariamente número de acidez alrededor de 85 y número de saponificación alrededor de 140); las *Trementinas artificiales* tienen número de acidez de 105-120 aproximadamente y número de saponificación algo superior, salvo el caso de la presencia de grasas.

ESENCIA DE TREMENTINA

Es el producto de la destilación de las trementinas naturales, el cual, una vez rectificado, está constituído por un líquido incoloro, límpido, de olor especial característico, insoluble en el agua, soluble en el alcohol, en el éter, en el benzol, en el éter de petróleo. Con el tiempo por la acción del aire y de la luz, amarillea y se resinifica.

La esencia de trementina puede hallarse sofisticada con aceites minerales, aceite de madera de pino, esencia de resina (pinolina) aceites ligeros de alquitrán (benzol y sus homólogos), tetracloruro de carbono y otros hidrocarburos clorurados. Abundan en el comercio diversos *Sucedáneos de la esencia de trementina*, que se expen-

den bajo diversos nombres (*Patent oil*, *Patent turpentine*, *Terpol*, *Dapentin*, *Larixolina*, *Maikol*, *Sangajol*), compuestos en su mayor parte de las fracciones de aceites minerales (americanos, rusos, rumanos, de Galitzia, de Borneo) que tienen D = 0,750-0,820 y hierven entre 140° y 190°, a los que a menudo se agrega aceites de alquitrán, aceite de pino, aceite de alcanfor, esencia de mirbana, terpinol, esencia de trementina, para mejor imitar los caracteres organolépticos y físicos de esta última; también el aceite de madera de pino, solo o mezclado con un poco de esencia de trementina, es un sucedáneo comunísimo. Por fin hay que mencionar la llamada *Esencia de trementina regenerada*, producto secundario de la fabricación del alcanfor artificial, que es un líquido amarillento, de olor terebintáceo, que hierve a unos 165°-175°.

El análisis de la esencia de trementina comprende las determinaciones de algunos caracteres físicos y químicos (n. 1 a 8) y algunas investigaciones especiales para descubrir las falsificaciones (números 9 a 15).

1. Caracteres organolépticos.—Obsérvense atentamente el color, la limpidez y el olor. Un color amarillento es indicio de un producto no bien rectificado, o viejo, o sofisticado (especialmente con aceite de pino bruto). Turbiedad y opalescencia indican presencia de impurezas insolubles, especialmente de agua. El olor, que se aprecia bien vertiendo un poco de esencia en la mano y frotando, puede orientar sobre la presencia de aceites minerales, de alquitrán, etc.

2. Determinación del peso específico.—Determínase por los métodos acostumbrados (Balanza de Westphal, picnómetro, densímetro) a la temperatura de 15° (1).

3. Punto de ebullición.—Determínase en un matraz de destilación del tipo de los que se usan para los aceites minerales (tomo I), con refrigerante. Destílanse 100 cm^3 de esencia y se recogen, midiéndolas, varias fracciones, por ejemplo, hasta 163°, de 163° a 170°, etc.

4. Determinación del índice de refracción.—Se procede como en los aceites esenciales (pág. 392) a la temperatura de 15° (2). También se puede, mucho más prácticamente, servirse del butirorrefractómetro (pág. 50) expresando el resultado en grados de este instrumento a la temperatura de 15°.

5. Determinación del punto de inflamabilidad.—Se emplea el aparato de Abel, como para el petróleo de alumbrado (tomo I, pág. 462).

---

(1) Operando a otra temperatura, se aplica el coeficiente 0,000835 por cada grado.

(2) Operando a otra temperatura, se aplica el coeficiente 0,0004 por cada grado.

6. **Determinación del poder rotatorio.**—Determínase al polarímetro ordinario (luz amarilla) en tubo de 10 cm.

7. **Determinación del residuo de la evaporación.**—Evapóranse 10 cm^3 de esencia al baño maría en capsulita tarada. Si queda residuo ponderable, puede ser debido a esencia vieja (resinificada), a presencia de aceites de resina pesados, de resina.

8. **Determinación de la acidez.**—Disuélvense 5-10 gr de esencia en alcohol neutro y se valora la acidez con un álcali decinormal, empleando como indicador la fenolftaleína.

9. **Residuo de la polimerización.**—Este residuo consiste en la porción de esencia que puede quedar sin atacar (polimerizada) por el ácido sulfúrico concentrado, y se determina del siguiente modo: En un recipiente graduado de Babcock se introducen 20 cm^3 de ácido sulfúrico puro concentrado (D = 1,838); se enfría con agua y hielo; se agregan poco a poco 5 cm^3 de la esencia en examen, siempre enfriando; terminada la reacción, se introduce el recipiente por 10 minutos en agua a 60°-65°, agitando a menudo; déjase enfriar a la temperatura ordinaria; agrégase más ácido sulfúrico concentrado hasta hacer pasar la porción no atacada de la esencia a la parte graduada del recipiente; se centrifuga por 5 minutos, y después de 12 horas de reposo se lee el volumen de la porción inalterada. De ésta se determina luego el índice de refracción o el grado refractométrico.

10. **Investigación de los aceites minerales.**—La presencia de los aceites minerales (generalmente petróleos de D = 0,750-0,820 y punto de ebullición 140° 190°) en la esencia de trementina, no solo se revela por algunas alteraciones de los caracteres físicos, sino también mediante las siguientes pruebas:

a) Prueba con el ácido nítrico.—En un matraz de ½ litro aproximadamente de capacidad, de vidrio, de fondo esférico, cerrado con tapón de dos orificios, a uno de los cuales se aplica un refrigerante vertical de bolas, y al otro un embudo de llave, se introducen 10 cm^3 de la esencia en examen sobre ella se deja gotear poco a poco, muy lentamente, por medio del embudo de llave, unos 30 cm^3 de ácido nítrico fumante (D = 1,52) mientras se enfría exteriormente con agua y con hielo y se hace pasar agua muy fresca por el refrigerante vertical. La esencia de trementina reacciona muy enérgicamente con el ácido nítrico, transformándose en productos solubles los aceites quedan sin atacar, a lo menos en su mayor parte.

Terminada la reacción, y dejado enfriar el conjunto, se pasa el líquido a un matraz de unos 100 cm^3 provisto de cuello estrecho y graduado en décimas de centímetro cúbico en el espacio de 10 cm^3; lávase el refrigerante vertical y el matraz en que se ha procedido al ataque con ácido nítrico concentrado ordinario (D = 1,40 aproximadamente) que luego se vierte en el matraz de cuello graduado y

entonces se agrega más ácido nítrico concentrado, hasta que la porción de esencia que ha resistido al ataque se haya acumulado en la parte graduada del cuello. Después de un conveniente reposo, se lee el volumen de esta porción que flota sobre el líquido ácido.

Así se puede conocer aproximadamente la cantidad (en volumen) de aceite mineral contenido en la esencia examinada; cantidad que siempre es, no obstante, inferior a la real, porque también los aceites minerales son parcialmente atacables por el ácido nítrico fumante, especialmente los que contienen hidrocarburos no saturados, y por otras pérdidas inevitables.

Para asegurarse luego de que la parte sin atacar consiste verdaderamente en aceite mineral y no en esencia que haya escapado a la reacción, es necesario recogerla y volver a tratarla con algunas gotas de ácido nítrico fumante (ya no debe reaccionar); y determinar su índice de refracción (debe ser inferior a 1,47 a 15°) o el grado refractométrico (debe ser inferior a 66° a 15°).

El líquido ácido puede servir para la investigación de los aceites de alquitrán (n. 11).

b) Ensayo con la anilina.—En un tubo de ensayo se introducen 5 cm^3 de la esencia en examen y 5 cm^3 de anilina pura recién destilada y bien seca; se agita y se calienta hasta obtener una solución homogénea y límpida; introdúcese en ella un termómetro; déjase enfriar en reposo y cuando el líquido empieza a enturbiarse se lee la temperatura marcada por el termómetro. Si se trata de esencia de trementina pura el enturbiamiento ocurre entre 16° y 25° (como máximo); si se trata de mezclas con aceite mineral el enturbiamiento se produce a temperatura más elevada: de ordinario entre 26° y 50°.

Si junto con el aceite mineral existiesen también benzol y sus homólogos, este ensayo no tendría valor.

11. Investigación de los aceites ligeros de alquitrán (*benzol y homólogos*). — La presencia de estos aceites, que pueden tener D = 0,870-0,945, punto de ebullición 80°-200°, índice de refracción de más de 1,5, ejerce cierta influencia sobre el peso específico, sobre el punto de ebullición, sobre el índice de refracción de la esencia de trementina. Su existencia se puede revelar mediante la prueba con ácido nítrico practicada como está indicado en el n. 10 *a*.

Por la acción del ácido nítrico fumante el benzol y sus homólogos superiores (toluol, xilol) se transforman en nitrocompuestos (nitrobenzol, etc.) que quedan en el líquido ácido, del que eventualmente se ha separado el aceite mineral. Luego el mismo líquido se diluye con una cantidad igual de agua, se neutraliza con solución de hidrato sódico y se extrae con éter. El líquido etéreo (desecado con algún grano de cloruro de calcio y filtrado) se evapora a suave calor y se pesa el residuo, el cual, si se trata de aceites de alquitrán,

estará constituído por un líquido aceitoso rojo obscuro, más pesado que el agua, con olor característico de nitroderivados aromáticos. Dividiendo el peso hallado por 1,15 (peso específico medio de los nitrocompuestos aromáticos) se tiene el volumen.

12. Investigación de los aceites ligeros de resina (*esencia de resina* o *pinolina*).—La presencia de estas substancias, que en su mayor parte hierven a menos de 170° (*esencia viva*), aumenta las primeras fracciones que se obtienen en la destilación de la esencia de trementina; además se revela mediante las siguientes reacciones cromáticas:

a) Reacción de Grimaldi.—En uno de los usuales matraces de destilación fraccionada se toman 100 cm³ de la esencia en examen y se destilan lenta y regularmente, recogiendo por separado las primeras cinco fracciones de 3 cm³ cada una y luego las sucesivas fracciones de 5 en 5 grados, hasta la temperatura de 170°. Las primeras 5 fracciones, y 3 cm³ de cada una de las sucesivas se introducen en otros tantos tubos de ensayo, con 3 cm³ de ácido clorhídrico concentrado y un fragmento de estaño del tamaño de un grano de arroz, sin agitar; sumérgense los tubos en un baño maría hirviente, al cabo de 5 minutos se sacuden con fuerza, y se vuelven al baño, sacudiéndolos de vez en cuando.

Si se trata de esencia de trementina enteramente privada de esencia de resina los líquidos quedan incoloros o toman un color variable entre el amarillento y el pardusco (nunca verde); si se trata de esencia de trementina mezclada con esencia de resina (aun con 5 por 100) los líquidos ácidos se tiñen de anaranjado y las capas aceitosas flotantes se tiñen de hermoso verde esmeralda, más o menos intenso según la cantidad y calidad de la esencia de resina existente.

Si la coloración es dudosa, conviene destilar 250-400 cm³ del producto en examen, recoger los primeros 30 cm³ y redestilar éstos fraccionadamente de 3 en 3 cm³.

b) Reacción de Halphen y Grimaldi.—Como para la reacción precedente se destilan 100 cm³ de la esencia en examen, pero recogiendo las primeras 6 fracciones de destilado de aproximadamente 1 cm³ cada una, luego las fracciones sucesivas de 5 en 5 grados hasta 170°. Pónese una gota de cada fracción en una capsulita de porcelana de unos 4 cm de diámetro, se agregan 2 cm³ de una solución de fenol en tetracloruro de carbono (ácido fénico puro, fundido, 1 volumen; tetracloruro de carbono 2 volúmenes); agítase hasta disolución completa, esparciendo el líquido de manera que moje toda la superficie interna de la cápsula; luego se hacen llegar al contacto del líquido así esparcido vapores de bromo que se desprenden de una solución de 1 volumen de bromo en 4 volúmenes de tetracloruro de carbono. Esta operación se puede efectuar manteniendo inclinado junto al borde de la cápsula el tubo de ensayo o el

matraz cónico en que esté contenida la solución de bromo, o bien, más cómodamente, por medio de un aparato especial, propuesto por Grimaldi (1). Mientras se hace actuar el bromo se va girando la cápsula para favorecer mejor el contacto con el líquido; luego se deja en reposo.

Si se trata de esencia de trementina pura no se observa coloración alguna, ni aun por la acción prolongada de los vapores de bromo; si se trata de mezclas con esencia de resina, después de una acción más o menos prolongada de los vapores de bromo, según la cantidad de esencia de resina presente, aparece una coloración amarilla (en este punto se suspende la llegada del bromo), que luego por el reposo pasa al verde.

De tal suerte se puede llegar a descubrir el 1 por 100 de esencia de resina.

13. Investigación del aceite de madera de pino (*esencia de pino*). —Este producto, que se obtiene en la destilación seca, o con vapor de agua o en el vacío, de la madera de diversos pinos, o bien también como producto secundario de la fabricación de la celulosa, es un líquido amarillento, de olor especial terebentináceo, a veces levemente empireumático, muy distinto del de la verdadera esencia de trementina; tiene D = 0,862-0,872; hierve gradualmente de 155° a 180° aproximadamente, destilando la mayor parte a 165°-175°; tiene poder rotatorio dextrógiro, de ordinario de 14° a 22° (en tubo de 10 cm). Su presencia en la esencia de trementina puede ser revelada por el olor, por la destilación fraccionada (punto de ebullición que va creciendo gradualmente con aumento de las fracciones que destilan por encima de 163°) y por medio de las reacciones siguientes:

a) Reacción del silvestreno. —Destílanse unos 50 cm³ de la esencia en examen, recogiendo la fracción que pasa alrededor de 175°, y a algunas gotas de esta fracción, disueltas en otro tanto anhídrido acético, se agrega una gota de ácido sulfúrico puro concentrado si se trata de esencia de trementina pura se observa solamente una coloración amarillenta o rojiza; en presencia de aceite de pino, que contiene silvestreno (por ejemplo unos 175°), aparece una hermosa coloración violácea.

Esta reacción se puede ensayar directamente sobre la esencia con tal de que sea reciente.

b) Reacción con ácido sulfuroso (*Herzfeld*). —A 3-5 cm³ de la esencia en examen se agregan otros tantos centímetros cúbicos de solución saturada reciente de sulfito sódico y algunas gotas de ácido clorhídrico (ácido concentrado y agua, volúmenes iguales) y se agita si la esencia es pura queda incolora, si contiene aceite de pino se tiñe de verde o de verde amarillento. En caso de duda se

(1) *Atti del VI Congresso di chim. applic.* (Roma, 1906). Vol. V, pág. 384.

repite el ensayo sobre las fracciones que destilan entre 155°-165° y 165°-170°.

Los aceites de pino muy bien refinados dan reacciones poco sensibles.

c) REACCIÓN HALPHEN-GRIMALDI. — Practícase del modo ya indicado en la página 431 por la acción de los vapores de bromo, el aceite de pino se tiñe de rosa carmín, que va aumentando de intensidad, y virando por fin al violáceo.

14. Investigación del aceite de alcanfor.—Para sofisticar o substituir la esencia de trementina úsase especialmente el aceite de alcanfor ligero (producto secundario de la preparación del safrol) de D = 0,87-0,94 y punto de ebullición = 170°-180° aproximadamente. Por lo tanto, su presencia eleva el peso específico y el punto de ebullición de la esencia de trementina. Con las reacciones cromáticas de Halphen-Grimaldi y de Herzfeld (V. el número precedente) se comporta aproximadamente como la esencia de pino. Puede ser identificado sólo en el caso de estar todavía suficientemente impurificado por el safrol mediante la reacción del safrol, que según Coen (1), se ensaya del siguiente modo

En un matraz de destilación con el cuello de tres bolas se destilan 50-100 cm^3 de la esencia en examen, recogiendo en un matraz los últimos 5 cm^3 que pasan; sobre éstos se vierte lentamente, gota a gota, otro tanto ácido sulfúrico puro concentrado, enfriando exteriormente con agua y hielo para evitar que la mezcla se caliente: pásase poco a poco a un embudo de llave que contenga 20 cm^3 de agua y enfriado con agua corriente; se extrae con 10 cm^3 de alcohol amílico puro; se da salida al líquido acuoso ácido; se lava el estrato amílico con un poco de agua, se sacude con 5 cm^3 de solución de potasa cáustica al 20 por 100. En presencia de safrol el líquido alcalino se separa teñido de verde o azulado, y separado del estrato amílico, filtrado y acidificado con ácido sulfúrico, toma una coloración rojo-violácea.

Los aceites de alcanfor ligeros pobres o privados de safrol no dan la reacción descrita.

15. Investigación del tetracloruro de carbono y otros compuestos clorurados.—Estos productos elevan el peso específico de la esencia de trementina, por tener una densidad superior a 1, y rebajan su punto de ebullición. Pueden ser identificados mediante la rebusca del cloro, que se se puede llevar a cabo de las siguientes maneras:

a) REACCIÓN CON ÓXIDO DE COBRE.—En el extremo de un alambre de platino se adapta un trozo de óxido de cobre en hilos y se encandece a la llama de gas no luminosa; introdúcese en la esencia

(1) *Ann. Labor. chim. centr. Gabelle*, vol. VII, pág. 99.

en examen, y se vuelve a la llama: en presencia de compuestos clorurados, esta se tiñe de verde.

b) REACCIÓN CON POTASA ALCOHÓLICA.—Hiérvese la esencia con solución alcohólica de potasa cáustica: fórmase cloruro de potasio que precipita y se puede identificar fácilmente.

* * *

La *Esencia de trementina genuina* debe ser límpida, sin materias extranas en suspensión o en sedimentación, incolora, de olor normal.

Su *peso específico* a 15° puede variar de 0,855 a 0,880, pero ordinariamente está comprendido entre 0,860 y 0,875; con el tiempo el peso específico aumenta, por la resinificación de la esencia. La presencia de aceite mineral rebaja el peso específico; la presencia de aceites de alquitrán o de compuestos clorurados de carbono lo eleva.

El *punto de ebullición* va de 155° a 175°, pero casi el 80 por 100 debe destilar a no más de 163° y el 90 por 100 por debajo de 170°; las esencias viejas resinificadas hierven a temperatura más elevada. La presencia de los adulterantes lo altera sensiblemente: la esencia de resina, los aceites ligeros minerales y de alquitrán, el tetracloruro de carbono, aumentan las fracciones que hierven a menos de 150°; los aceites de pino, los petróleos, aumentan las que destilan entre 160° y 170°

El *índice de refracción* a 15° es de 1,468 a 1,478. El *grado refractométrico* al butirorrefractómetro de Zeiss a 15° varía de 66° a 73°: en la mayor parte de las esencias francesas y americanas hállase 70-73, en la esencia griega 66. La presencia de los aceites minerales rebaja el índice de refracción y correspondientemente el grado refractométrico de la esencia de trementina; los aceites de alquitrán en cambio lo elevan.

El *punto de inflamabilidad* de las esencias ordinarias es de 32°-36°

El *poder rotatorio* varía según el origen de la esencia: las esencias francesas son levógiras (— 20° a — 40° en tubo de 10 cm); las americanas ordinariamente dextrógiras (+ 9° a + 14°), como también las esencias alemanas y de Galitzia (+ 3° a + 17°) y la esencia griega (+ 34° a + 77°); la esencia de trementina veneciana o de alerce puede ser dextrógira o levógira; la esencia de trementina regenerada tiene un poder rotatorio de 0° a unos + 7°

Por la gran variabilidad de poder rotatorio de las esencias de trementina, este dato no tiene valor para el descubrimiento de las sofisticaciones; mejor sirve para indicar el origen de la esencia. De todos modos téngase presente que los aceites minerales son inactivos o casi inactivos para la luz polarizada, los aceites de pino son dextrógiros, la esencia de trementina regenerada es ligeramente dextrógira (1).

---

(1) Hay que recordar que existe también una *Esencia de trementina italiana*, que se obtiene desde hace algunos años en Toscana de la trementina del *Pinus pinaster* Sol. (pino marítimo) y del *P. pinea* Linn. (pino doméstico). La esencia obtenida exclusivamente del pino marítimo (*P. pinaster*) corresponde, por sus caracteres organolépticos, físicos y químicos, a la esencia francesa, es decir tiene: olor normal; D = 0,86-0,87 a 15°; índice de refracción = 1,47 a 20°; punto de inflamabilidad = 33°-33°,5; $\alpha_D = -35°$; destila aproximadamente el 90 por 100 hasta 163°: está compuesta esencialmente de pineno. La esencia obtenida de sólo la trementina de pino doméstico (*P. pinea*) es en cambio netamente distinta asi por el olor como por los caracteres físicos y la composición: esta esencia tiene, en efecto, esos caracteres medios: D = 0,850 a 15°: índice de refracción = 1,4737 a 20°;

El *residuo de la evaporación* de las esencias genuinas recientes debe ser apenas apreciable; las esencias brutas (aguarrás) y las viejas resinificadas pueden dejar hasta 2 por 100 de residuo.

La *acidez* debe ser nula en las esencias recientes; las viejas son más o menos ácidas.

El *residuo de la polimerización* con ácido sulfúrico no debe exceder de 1 por 100 (en volumen); el índice de refracción a 15° de este residuo no debe ser inferior a 1,5, el grado refractométrico a 66.

A los *diversos ensayos* descritos en los n. 10, 11, 12, 13, 14 y 15, las esencias genuinas deben comportarse como en los mismos números se ha señalado.

Una *esencia que no corresponda* a uno o varios de los caracteres físicos y de los ensayos químicos indicados debe considerarse como *sofisticada* o *sospechosa*, teniendo también presente que si una esencia presenta caracteres físicos (peso específico, punto de ebullición, grado refractométrico) normales, o comprendidos en los límites señalados para las esencias genuinas, puede igualmente estar sofisticada, porque esos caracteres pueden haber sido corregidos con mezclas de diversos adulterantes convenientemente elegidos (por ejemplo, aceites minerales con aceites de alquitrán o de alcanfor); así pues para asegurarse del fraude conviene hacer todos los ensayos descritos.

En fin hay que recordar que para algunos usos (preparación de barnices y colores) se admiten también ahora sucedáneos de la esencia de trementina (aceite de pino, aceites minerales), con tal de que sean incoloros o casi incoloros, no fluorescentes, no despidan mal olor, no alteren los matices de los barnices o de los colores, tengan el mismo poder disolvente que la esencia de trementina y no tengan un peso específico y un punto de inflamabilidad muy inferiores a los de esta esencia.

COLOFONIA

La colofonia está constituída por el residuo sólido que se obtiene de la destilación de la trementina en la preparación de la esencia de trementina. Está formada esencialmente por ácidos resinosos y por productos de oxidación de estos ácidos y se presenta en masas frágiles, transparentes o translúcidas, de color variable entre el amarillo claro y el pardo obscuro, con olor resinoso especial. D = 1,05-1,085. Es fácilmente soluble en el alcohol (1 parte en 10 partes de alcohol de 70°), y es también soluble en el alcohol metílico, en el alcohol amílico, en el éter, en la acetona, en el benzol, en el cloroformo, en el sulfuro de carbono, en la esencia de trementina; en el éter de petró-

---

punto de inflamabilidad = 50°,5; $\alpha_D = -95°$; destila del 85 al 90 por 100 entre 172° y 180°; está compuesta esencialmente de l-limoneno.

La esencia italiana comercial es generalmente una mezcla de las dos esencias descritas, con preponderancia de la primera, por lo que sus caracteres son intermedios entre los indicados. Al juzgar una esencia italiana conviene por lo tanto tener en cuenta este hecho y recordar que una densidad baja, acompañada de índice de refracción, punto de inflamabilidad, poder rotatorio y punto de ebullición elevados, indica presencia de esencia de pino doméstico y no sofisticación. (Palazzo F. C., *Le trementine italiane*. Extracto de los *Ann. del R. Ist. forestale naz.*, vol. II, Florencia, 1917).

leo no se disuelve completamente. Con las soluciones de potasa o sosa cáustica se saponifica fácily completamente. Una pequeña cantidad disuelta en el anhídrido acético y tratada con una gota de ácido sulfúrico concentrado, da una intensa coloración rojo-violácea o purpurina, que en breve tiempo pasa al amarillo obscuro.

En el comercio se encuentran diversos tipos o marcas de colofonia, que se distinguen principalmente en el color y en la procedencia.

El análisis de la colofonia comprende, en primer lugar, la verificación de sus caracteres externos (color, transparencia, fractura) y la confrontación de estos caracteres con los de tipos comerciales de origen seguro; se pueden hacer además las determinaciones indicadas en los n. 1 a 6, para comprobar la pureza. En fin, si se debe verificar si un producto dado es una colofonia u otra substancia semejante, como por ejemplo, la pez de cervecero, la de Borgoña, los resinatos, las mezclas de colofonia con resinatos, con aceite de resina, con aceites, grasas, etc., se procede según los n. 7 a 10.

1. Determinación de la humedad.—1-2 gr de substancia, pulverizada, se mezclan con arena silícea previamente calcinada, en una capsulita de porcelana; se pesa el conjunto, se pone en la estufa de agua hirviente, y al cabo de algunas horas se vuelve a pesar; la pérdida de peso representa la humedad contenida en la colofonia en examen.

En lugar de secar en la estufa, se puede también emplear un desecador de ácido sulfúrico, en el cual se mantiene la substancia hasta que no pierde más peso.

2. Determinación de las cenizas.—1-2 gr de la colofonia en examen se calientan con cuidado en una cápsula tarada hasta carbonización; luego, aumentando la llama, o bien introduciendo la cápsula en una mufla calentada al rojo obscuro, se incinera la masa carbonosa; por fin se pesa, si lo hay, el residuo de cenizas. Una vez pesado se examina por los métodos ordinarios para reconocer su naturaleza: búscanse especialmente la cal, el óxido de plomo, el cromato de plomo, el óxido de manganeso, el óxido de hierro (V. también n. 9).

Durante la combustión de la substancia en examen se observa si se desprende solamente un olor resinoso, o bien también olor de acroleína (indicio de la presencia de las grasas).

3. Determinación de las impurezas.—Unos 5 gr de colofonia, pulverizada, se disuelven en 50 cm^3 de alcohol de 90°; la solución se filtra por filtro previamente desecado a 100° y tarado, en el cual se recoge todo el residuo que pueda haber quedado insoluble en el alcohol; lávase bien con alcohol de 90° frío, se deseca a 100° y se pesa (V. también el n. 10 *c*).

4. Determinación del punto de fusión.—Determinase del modo ordinario, en un tubito de vidrio delgado cerrado por el extremo

inferior, en el que se pone una pequeña cantidad de la substancia pulverizada. Cuando el polvo, de blanquecino y opaco, se vuelve pardo y transparente, se lee la temperatura marcada por el termómetro.

5. **Números de acidez y de saponificación.**—Determínanse del mismo modo indicado para las substancias grasas (V. tomo I, página 502).

6. **Ensayo para el encolado del papel.**—100 partes de colofonia pulverizada se agitan con 20 partes de carbonato sódico cristalizado y 150 partes de agua; se observa si la mezcla queda homogénea y de color blanco lechoso o colorada de otra suerte. Agrégase una solución de alumbre y se observa el color del precipitado.

7. **Distinción entre la colofonia y la pez de cervecero.**—La pez de cervecero *natural*, es decir la obtenida calentando la trementina en calderas abiertas, hasta que deja de oler a esencia de trementina, se puede distinguir de la colofonia, principalmente por su aspecto, por los números de acidez y de saponificación. En efecto la pez de cervecero es generalmente opaca, de color amarillo obscuro, o anaranjado obscuro (pero también se la encuentra translúcida o transparente, casi tanto como la colofonia), y funde a menor temperatura que la colofonia, hasta el punto de amasarse fácilmente y hasta a veces reblandecerse algo con el calor de la mano. Su punto de fusión, determinado como se ha dicho en el n. 2, está comprendido de ordinario entre 40° y 50°. Sus números de acidez y de saponificación son algo inferiores a los de la colofonia, hallándose ordinariamente alrededor de 140 el número de acidez y alrededor de 150 el número de saponificación. Mas para todos los restantes caracteres la pez de cervecero es del todo semejante a la colofonia.

La pez de cervecero se imita no obstante con colofonia teñida con ocre o con cromato de plomo, o bien con mezclas de colofonia y aceite de resina, o aceites grasos, ceresina y substancias semejantes. Los colores minerales agregados se descubren fácilmente por su insolubilidad en el alcohol (V. n. 3) o analizando las cenizas; las mezclas antes citadas se pueden reconocer mediante los ensayos expuestos en el n. 10.

8. **Distinción entre la colofonia y la pez de Borgoña.**—Esta resina, que se obtiene purificando por fusión en el agua la trementina de abeto u otras trementinas en general, se distingue de la colofonia por el aspecto, por el punto de fusión, por el contenido en agua.

La pez de Borgoña está en masas casi opacas, duras, frágiles, a veces de aspecto cristalino, de color amarillo de limón. Reblandécese al calor de la mano. Desecada sobre el ácido sulfúrico (V. n. 1), pierde una notable cantidad de agua, que a veces puede llegar hasta

35 por 100 (1), mientras que la colofonia sólo contiene vestigios de humedad.

9. Distinción entre la colofonia y los resinatos.—Los resinatos de cal, de plomo, de manganeso, de zinc, que son los más comunes entre los obtenidos por fusión, es decir disolviendo el correspondiente óxido metálico en la colofonia fundida a conveniente temperatura, son muy semejantes en el aspecto a la colofonia ordinaria, pero se pueden distinguir por medio de la determinación de las cenizas y la prueba de la solubilidad en el alcohol (2).

Los resinatos, por calcinación, dejan un residuo abundante (generalmente del 2 al 20 por 100), constituído por el óxido metálico correspondiente. En el alcohol de 95° sólo en parte son solubles; disuélvense bastante bien en el éter y en el cloroformo (3).

Análogas a los resinatos son las *Resinas endurecidas*, formadas por colofonia y pequeñas cantidades de cal y de óxido de zinc.

10. Reconocimiento de las mezclas de colofonia con aceites de resina, minerales, grasos, etc.—Hállanse en el comercio mezclas de colofonia (y también otras resinas, especialmente copal) con resinatos, oleatos y aceites de linaza, que sirven para la preparación de los barnices, y mezclas de colofonia con aceites minerales, aceites de resina, aceites grasos, grasas concretas, parafina, ceresina, cera, que sirven como pez de cervecero. Para el reconocimiento de tales mezclas se puede proceder a los siguientes ensayos:

a) Caliéntase un poco de substancia en un tubo de ensayo y se observa si se desprenden vapores fácilmente condensables en las paredes frías del tubo (aceites minerales, aceites de resina), o bien si se percibe olor de acroleína, verificando también el ensayo con bisulfato potásico, nitroprusiato sódico y piperidina (pág. 407), lo que sería indicio de la presencia de aceites grasos.

---

(1) Según la Farmac. italiana, la pez de Borgoña no debe contener mas de 10 por 100 de agua.

(2) Los resinatos obtenidos por precipitación, es decir tratando con la solución de una sal metálica una solución de un resinato alcalino, se hallan en polvo y no presentan semejanza alguna con la colofonia.

(3) Para apreciar la buena calidad de un resinato, conviene especialmente determinar el contenido en metal combinado con la resina, es decir que se halla en estado soluble. A este fin, un peso dado de resinato se hace digerir en frío en el éter o en el cloroformo perfectamente anhidro, luego se incinera la parte insoluble, y en las cenizas se determina el plomo, el manganeso o el calcio, según la clase de resinato; por otra parte, se determinan también las cenizas totales y en ellas se determina el plomo, el manganeso o el calcio, y por lo tanto, por diferencia se tendrá el metal soluble. Un resinato o un secante en general es tanto mejor cuanto más metal soluble contiene. De ordinario, los resinatos de manganeso contienen 6-7 por 100 de Mn soluble, los oleatos de manganeso 9-9,5 por 100 de Mn soluble; los resinatos mixtos de plomo y manganeso contienen 8-9 por 100 de Pb soluble y 1-2 por 100 de Mn soluble. Alguna vez conviene también determinar el exceso de resina que contiene un resinato, pero esto sólo se puede hacer por vía indirecta.

b) Se incineran algunos gramos de la substancia, y en el residuo se buscan especialmente el plomo y el manganeso, que pueden provenir de la presencia de resinatos o de aceite de linaza vuelto secante.

c) Se trata la substancia con alcohol de unos 90° y se agita bien: si no se consigue la disolución completa, la colofonia puede contener resinatos, aceites grasos, cera, parafina, ceresina; filtrando y examinando la parte que queda sin disolver en el alcohol, se podrá reconocer de que substancia se trata. La misma prueba puede hacerse con el alcohol metílico, en el cual la colofonia que contiene aceites minerales, grasas, cera, parafina y ceresina no es del todo soluble.

d) Se hacen hervir algunos gramos de substancia con potasa alcohólica, y luego se diluye con agua; si se obtiene un líquido lechoso, que por el reposo abandona gotículas aceitosas, la colofonia estaba mezclada con aceites de resina o aceites minerales.

e) Disuélvense unos 10 gramos de substancia en 100-150 cm^3 de éter y se agitan, dentro de un embudo de llave, con unos 50 cm^3 de ácido sulfúrico diluído; sepárase el estrato acuoso ácido y se lava el líquido etéreo, agitándolo con agua, varias veces, hasta que las aguas de loción dejan de dar la reacción de los sulfatos con el cloruro de bario. El líquido etéreo se evapora a sequedad y sobre el residuo se determinan los números de acidez y de saponificación. Si los dos números son iguales, o aproximadamente iguales, la substancia examinada no contenía grasas neutras; en cambio si se obtiene un número de saponificación notablemente más elevado que el número de acidez, la substancia contenía grasas neutras (generalmente aceite de linaza). En este último caso, la diferencia entre el número de saponificación y el de la acidez, dividida por 2, da aproximadamente el contenido por ciento en grasa neutra de la substancia en examen.

***

La confrontación del *color* y de los demás *caracteres organolépticos* de la colofonia se hace ordinariamente con la *serie americana*, que comprende los 14 tipos siguientes:

1) *Colofonias* verdaderas, que se distinguen en W. W. (Water White); W. G. (Window Glass); N. (extra Pale); M. (Pale); K. (low Pale).

2) *Breas claras* o *Arcansons*, que se distinguen en I. (good n. 1); H. (n. 1); G. (low n. 1).

3) *Breas obscuras*, que se distinguen en F. (good n. 2); E. (n. 2); D. (good Strained); C. (Strained); B. (common Strained); A. (Common).

Una *buena colofonia*, pulverizada, debe dar un polvo blanco o amarillento (no rojizo), que se conserve seco y fofo, y no se amase aglutinándose.

La *humedad* de la colofonia genuina no pasa de 1 por 100.

Las *cenizas* existen en vestigios, salvo pequeñas cantidades de arena

y tierras, que también se descubren en el ensayo de solubilidad en el alcohol (V. n. 3).

Las *impurezas extrañas* (arena y tierra, que se acaban de citar) no deben exceder de 1 por 100 en las mejores marcas, y del 2 por 100 en las otras.

El *punto de fusión* puede variar entre 70° y 153° aproximadamente; generalmente es de 70°-80°.

El *número de acidez* puede oscilar entre 145 y 185 (de ordinario 155-170); el *número de saponificación* entre 155 y 195.

La *colofonia pura* debe disolverse completamente (salvo las impurezas extrañas minerales citadas) en alcohol y alcohol metílico; con la potasa alcohólica debe saponificarse completamente, y la solución alcohólica del jabón debe mantenerse límpida hasta cuando se diluya en agua.

La *colofonia para el encolado del papel* debe dar al ensayo n. 6 una emulsión homogénea, de color blanco lechoso, que precipita en blanco por adición de alumbre.

ACEITES DE RESINA

Los aceites de resina se obtienen por la destilación seca de la colofonia y se distinguen en *ligeros* y *pesados*.

A) Aceite de resina ligero, Esencia o espíritu de resina, Pinolina.—El aceite de resina ligero está constituído por las fracciones que destilan hasta unos 200°, convenientemente refinadas. Líquido, incoloro, de olor especial más o menos empireumático terebentináceo; D = 0,880-0,885; punto de ebullición = 150°-200° (la mayor parte destila de 150°-170°); neutro si está bien refinado; atacable por los ácidos nítrico y sulfúrico concentrados; soluble en alcohol fuerte; reconocible también mediante las reacciones cromáticas descritas en la página 431.

Este producto ordinariamente no da lugar a investigaciones analíticas especiales.

B) Aceite de resina pesado.—El aceite de resina pesado está constituído por las fracciones que en la destilación seca de la colofonia pasan a temperatura superior a 200°. En estado bruto es denso, turbio, pardo, azulado o verdoso, más o menos fluorescente, de olor resinoso empireumático, ácido. El *refinado* o *rectificado* es límpido, poco colorado (de amarillento a amarillo tendiendo al rojizo), de olor ligeramente resinoso, o bien casi inodoro, neutro o casi neutro.

El análisis de los aceites de resina pesados, en general, comprende la determinación de algunos caracteres físicos y químicos, ya a fin de identificar su naturaleza y su aptitud para determinados usos (V. n. 1 a 9), ya para comprobar la pureza o reconocerlos en sus mezclas con otros aceites (n. 10).

1. Caracteres físicos. — El peso específico, la viscosidad, el punto de inflamabilidad, la acción de las bajas temperaturas, se determinan por los mismos métodos expuestos para los aceites minerales pesados (tomo I, págs. 471 y siguientes). También pueden deter-

minarse el poder rotatorio y el índice de refracción por los métodos habituales.

2. Determinación de la humedad.—Los aceites de resina pesados que contienen agua pueden estar turbios o enturbiarse al calentarlos ligeramente; y si se calientan más dan chasquidos.

3. Pérdida por evaporación.—En una cápsula tarada se toman 20 gr de aceite y se mantienen por 5 horas en la estufa a la temperatura de 100° y por 2 horas a 170°. Determínase la pérdida de peso en uno y otro caso, refiriéndola luego a 100 gr de aceite.

4. Solubilidad en diversos disolventes.—Los aceites de resina pesados tienen del 50 al 100 por 100 soluble en un volumen doble de alcohol absoluto; al crecer el peso específico disminuye la solubilidad en el alcohol. En la acetona son solubles en todas proporciones (V. también el n. 10)

5. Determinación de la acidez.—Puede ser debida a ácidos resinosos, como en los aceites brutos y en los no completamente refinados o a ácidos minerales como en los aceites refinados no bien lavados.

Determínase como en los aceites grasos (tomo I, pág. 502) y se expresa en miligramos de KOH por 1 gr de aceite, o más comúnmente en SO_3 por 100 gr de aceite.

6. Saponificación, substancias resinosas.—Los aceites de resina no son saponificables, salvo por la parte de substancias resinosas que pueden contener como impurezas especialmente notables en los aceites brutos), las cuales se combinan con los álcalis y se revelan ya por el número de acidez (V. número precedente), ya por el número de saponificación, también determinable como en los aceites grasos (tomo I, pág. 505).

El contenido en substancias resinosas se puede también conocer directamente saponificando 50-100 gr del aceite en examen con potasa alcohólica del modo ordinario (tomo I, pág. 501), diluyendo con agua, separando el líquido acuoso alcalino, lavando bien con agua caliente el aceite que queda sin atacar y pesándolo: por diferencia se tiene el contenido en substancias resinosas.

7. Otros caracteres químicos.—Como determinaciones auxiliares pueden practicarse las del número de yodo y del grado termosulfúrico (tomo I, págs. 510 y 527).

8. Reacciones cromáticas.—Los aceites de resina pesados dan algunas reacciones cromáticas, debidas esencialmente a las pequeñas cantidades de resina que contienen.

a) Reacción de Holde.—Agitando juntos volúmenes iguales de aceite y de ácido sulfúrico de D = 1,60 se produce una coloración roja, y el ácido se separa luego teñido de rojo. Los aceites minerales, vegetales y de animales terrestres, igualmente tratados, dan coloraciones amarillentas o parduscas; los aceites de animales

CONTROL PÚBLICA PROVINCIAL

marinos pueden dar coloraciones pardas más o menos rojizas. En caso de duda, se agita el aceite en examen con alcohol de 90° y se efectúa el ensayo sobre la solución alcohólica: en presencia de aceite de resina también en esta solución aparece la coloración roja.

Los aceites de resina muy refinados dan la reacción poco sensible y hasta negativa.

b) Reacción de Morawski.—1 cm^3 de aceite se disuelve en 1 cm^3 de anhídrido acético y se trata con una gota de ácido sulfúrico de D = 1,53: se observa una coloración violeta fugaz con tal de que el aceite no haya sido perfectamente refinado.

Si se trata de mezclas, especialmente con aceites minerales obscuros, conviene calentar 2 cm^3 del aceite en examen con 10 cm^3 de anhídrido acético; diluir con 10 cm^3 de agua; dejar enfriar; filtrar por filtro mojado el líquido acuoso y agregar a éste el ácido sulfúrico.

c). Reacción de Halphen.—Se practica según las prescripciones de Grimaldi (pág. 431). Al recibir los vapores de bromo el aceite de resina toma una coloración violeta o purpúrea intensa. Los aceites minerales, igualmente tratados, dan coloraciones parduscas indefinibles; los aceites vegetales y de animales marinos dan coloraciones rojas, a veces con tendencia al violeta. Conviene proceder a la reacción en confrontación con aceites de origen conocido.

9. Secantividad. — Los aceites de resina pesados son secantes: extendidos en delgada capa sobre una placa de vidrio, y mantenidos por 24 horas a 50° se espesan notablemente y se vuelven muy pegadizos.

Para aumentar la secantividad se acostumbra también emplear algún secante (óxidos, resinatos u otros compuestos de plomo, de manganeso, de cobalto). En tal caso, sometidos al ensayo anterior, dan una película bien seca y dura, e incinerados dejan un pequeño residuo mineral, en el que se pueden buscar el plomo, el manganeso, el cobalto, etc., por los métodos usuales.

10. Reconocimiento de las mezclas de aceites de resina con aceites minerales.—La presencia de aceite mineral en los aceites de resina se puede reconocer, y también aproximadamente determinar, mediante la prueba de solubilidad en una mezcla de alcohol y cloroformo (según Finkener) y que se lleva a cabo del siguiente modo:

Se prepara una mezcla de 10 volúmenes de alcohol de D = 0,8182 (94°,5) y 1 volumen de cloroformo, mezcla en la cual los aceites de resina son solubles en 10 a 13 volúmenes a la temperatura de 23°, mientras los aceites minerales requieren, para disolverse, más de 100 volúmenes de la misma mezcla.

Para proceder al ensayo se trata un volumen del aceite en examen (10 cm^3) con 10 volúmenes de la mezcla indicada (100 cm^3), en una probeta graduada. Se lleva el conjunto exactamente a la tempe-

ratura de 23°, introduciendo la probeta en un baño de agua a esta temperatura, y luego se agita insistentemente y se deja en reposo. Si se trata de aceite de resina puro la disolución es completa; si de aceite de resina mezclado con aceite mineral, este último se separa en el fondo de la probeta, y su volumen, multiplicado por 10, da el contenido aproximado, en volumen, de aceite mineral contenido en el aceite de resina en examen.

Pero algunos aceites de resina, especialmente los muy pesados, no se disuelven completamente en 10 volúmenes de la mezcla de alcohol y cloroformo, sino que queda sin disolver de 3 a 7 por 100; mas cuando queda una porción sin disolver, practicando el ensayo en las condiciones señaladas, hay que repetirlo con 1 volumen del aceite en examen y 13 volúmenes de la mezcla de alcohol y cloroformo si también en estas condiciones se separa aceite insoluble, realmente el aceite en examen contiene aceite mineral.

Como comprobación se puede lavar después con alcohol de unos 95° el aceite mineral, secarlo a 100° y determinar el índice de refracción a 15° éste debe ser inferior a 1,53.

Este ensayo sirve también para revelar los aceites minerales en las mezclas complejas de aceites de resina, aceites minerales, substancias grasas, jabones, cal, etc., como por ejemplo, los untos para carruaje y los lubrificantes consistentes en general (tomo I, pág. 491).

En estos casos el ensayo se hace sobre la porción insaponificable después del tratamiento con potasa alcohólica, para eliminar las substancias grasas y resinosas, los jabones, las substancias minerales.

Por otra parte para reconocer la presencia de aceites de resina en los aceites minerales o en la porción insaponificable de las citadas mezclas, se puede recurrir a las reacciones cromáticas descritas en el n. 8, además de proceder a la determinación de algunos caracteres físicos y químicos, como peso específico, índice de refracción, poder rotatorio, que son más altos en los aceites de resina que en los minerales; número de yodo, grado térmico, que son casi nulos en los aceites minerales (V. también las siguientes observaciones).

* * *

Los *Aceites de resina pesados* tienen los siguientes caracteres:

Peso específico 0,97-1,00; los refinados de ordinario 0,97-0,985 (los aceites minerales no más de 0,95).

Viscosidad variable entre 15 y 100 (con el aparato de Engler a 20°).

Punto de inflamabilidad 109°-146° aproximadamente con el aparato Pensky, o 148°-162° en crisol abierto.

Poder rotatorio + 30° a unos 60°, en tubo de 60 cm.

Índice de refracción (a 15°) 1,535-1,555 (aceites minerales 1,48-1,507).

La *pérdida por evaporación* por 5 horas a 100° puede llegar a 1,5 por 100 (de ordinario 0,4-0,8) y por 2 horas a 170° el 5,6-7,4 por 100.

La *acidez* puede ser notable en los aceites brutos; debe ser nula o casi nula en los refinados (V. más abajo).

El *número de saponificación* es ligeramente superior al de acidez.

El *contenido en substancias resinosas* puede variar entre 8 y 10 por 100 en los aceites brutos, de 2 a 4 en los semirrectificados; ha de ser nulo en los bien refinados.

El *número de yodo* puede llegar a unos 115 en los aceites brutos; en los refinados es ordinariamente 43-48.

El *grado termosulfúrico* de los refinados oscila generalmente entre unos 18° y 42°.

En los aceites de resina para transformadores y conmutadores eléctricos se requiere principalmente que sean claros, límpidos, completamente privados de humedad y de substancias extrañas en suspensión; que no sean ácidos (tolerándose hasta 0,2 por 100 en SO_3); que queden bien flúidos a — 15°; que no contengan aceites minerales.

CAPÍTULO X

BARNICES

Los barnices comunes son líquidos más o menos densos, que extendidos en la superficie de un objeto dejan en ella, al cabo de un tiempo más o menos prolongado, una capa seca, adherente, lisa, de superficie continua y brillante, inalterable al aire y a la humedad.

Suelen dividirse en *Barnices volátiles* y *Barnices grasos*. Los primeros, designados también con el nombre de barnices de espíritu, barnices de laca, barnices a la esencia de trementina, etc., son soluciones de resina y productos análogos en disolventes volátiles; los segundos, llamados también *Barnices al óleo*, son a base de aceites secantes, o son soluciones de resinas o resinatos en aceites secantes, generalmente con disolventes volátiles, y a menudo con substancias colorantes.

Además de estos tipos más comunes, se hallan en el comercio muchas otras variedades, en cuya composición entran ingredientes diversos, como por ejemplo los a base de alquitrán, asfalto, goma elástica, nitro- o acetilcelulosa, jabones de resina, boratos, dextrinas, etc.

Los disolventes volátiles más comunmente usados son la esencia de trementina, el aceite de pino, el alcohol metílico, etílico y amílico, el acetato de amilo, la acetona, el éter sulfúrico, el sulfuro de carbono, el tetracloruro de carbono, los cloroderivados del etano y del etileno, las clorhidrinas, los aceites minerales ligeros, los aceites ligeros de alquitrán, de resina y de esquisto, el aceite de alcanfor.

Las resinas más usadas son: la copal, la goma laca, la dammar, la sandáraca, el elemí, el mástic, el benjuí, el ámbar, la colofonia, la trementina.

El aceite secante más comúnmente empleado es el aceite de linaza y alguna vez también el aceite de nueces, el de adormidera, el de girasol, el de madera de China.

Las substancias colorantes que más se emplean son: la goma

guta, la sangre de drago, la cúrcuma, el índigo, y especialmente los colores orgánicos artificiales. Para algunos barnices se emplean también colores minerales, como el óxido de hierro, el albayalde, el minio, el negro de humo, etc.

El examen de los barnices comprende especialmente ensayos prácticos y el análisis químico.

1. Ensayos prácticos

Estos ensayos consisten en emplear los barnices prácticamente y en deducir si son o no propios para los usos a que están destinados. A este fin se extiende el barniz en examen, en delgada capa, sobre una superficie lisa de metal (hoja de lata) o de vidrio y dejarlo secar al aire. Se nota el tiempo necesario para la desecación completa y luego se prueba si la película de barniz ha quedada bien adherente al objeto y se observa su aspecto. Al cabo de algún tiempo se observa también si el barniz se agrieta o trasuda, es decir, si se hace untuoso al tacto.

Para tener un criterio sobre la duración o resistencia de un barniz, se embadurna con él una placa de metal, y una vez seco, se calienta la placa a temperatura elevada (por ejemplo a 100°) y se sumerge en el agua fría. Repitiendo varias veces esos bruscos cambios, si el barniz no se agrieta, se puede considerar como de buena calidad.

2. Análisis químico

El análisis completo de los barnices ofrece no pocas dificultades y la determinación de todos sus componentes es, muchas veces, dificilísima. Las dificultades mayores se encuentran en los barnices grasos, en los cuales entran aceites secantes y resinas que han sufrido la acción del calor, de modo que sus propiedades físicas y químicas (solubilidad en los diversos disolventes, densidad, reacciones cromáticas, número de yodo, de acidez, de saponificación, etc.) resultan alteradas. Aun en los barnices más sencillos es bastante difícil poder comprobar si han sido preparados con una sola resina o con varias. Menores dificultades ofrece la investigación de la naturaleza de los disolventes volátiles, a no ser que estén constituídos por mezclas complejas, lo cual por otra parte no es muy frecuente.

De todas maneras, cuando se tenga que analizar un barniz convendrá en primer lugar separar el disolvente volátil del resto. Pésanse exactamente, en un matraz de cuello no excesivamente estrecho, 50 gr de barniz, bien agitado para homogeneizarlo en lo posible, se agregan 25-30 cm^3 de agua y se destila en corriente de vapor de agua, hasta separación completa de las substancias volátiles. En

general, basta recoger unos 100 cm^3 de destilado; en ningún caso, el agua que se condensa en el refrigerante ha de tener en suspensión gotículas aceitosas.

Así se separan, sin promover descomposiciones, el disolvente volátil y el residuo fijo, que se analizan por separado (1).

1. Examen del disolvente volátil. — Pueden presentarse dos casos:

a) *El destilado es límpido o sólo ligeramente opalescente.*— Esto indica que el barniz contenía esencialmente un disolvente volátil soluble en agua, como por ejemplo alcohol metílico y etílico, acetona y algunos de sus homólogos. Otros disolventes insolubles o poco solubles en agua (esencia de trementina, aceite de madera de pino, aceite de resina, aceites minerales, etc.) no pueden existir más que en cantidad muy pequeña. Se analiza según *A*.

b) *El destilado es turbio y se separa en dos estratos.*—Esto indica que el barniz contenía disolventes volátiles insolubles en agua. Si el disolvente es más pesado que el agua será indicio de la presencia de sulfuro de carbono, de cloroformo, de tetracloruro de carbono, de cloroderivados del etano y del etileno, de clorhidrinas; en cambio si es más ligero se tendrá un indicio de la presencia de alcohol amílico, de acetato de amilo, de éter sulfúrico, de esencia de trementina, de aceite de pino, de aceites de alquitrán y de aceites minerales ligeros, de aceite de resina, de esquisto, etc.

Hay que observar que si se hallan presentes dos o más disolventes, a menudo éstos se disuelven uno en el otro, y no se separan según su diferente peso específico.

De todos modos, en presencia de disolventes insolubles en agua se pasa el destilado a un embudo separador cilíndrico y graduado, lavando el recipiente colector con un poco de agua, se agrega un poco de cloruro sódico pulverizado, se dejan separar bien los dos estratos, se lee el volumen del estrato insoluble y se separa del estrato acuoso, lavándolo luego con un poco de agua.

El líquido acuoso, que también puede contener disolventes solubles en agua, se examina según *A*, y el estrato insoluble según *B*.

A) Examen del líquido acuoso.—El líquido acuoso obtenido directamente en la destilación del barniz (véase 1-a) o bien separado de los disolventes volátiles insolubles en agua (véase 1-b) se destila otra vez en matraz de destilación fraccionada, provisto de termóme-

(1) Para algunos barnices y especialmente para los preparados a base de alcohol, acetona o de otros disolventes solubles en agua, con objeto de evitar una inútil dilución, se prefiere proceder a la destilación directa en vez de practicarla en corriente de vapor. Pésanse 50 gr de barniz en un matracito de destilación provisto de termómetro y se calienta al baño de aceite hasta eliminación completa del disolvente, observando las temperaturas señaladas por el termómetro. Sobre el destilado, del cual se determina al peso específico a 15°, se practican las investigaciones indicadas en *A*.

tro, en presencia de un poco de cal apagada, recogiendo los primeros 50 cm³ de destilado, del cual se determina exactamente la densidad a 15° siguiendo las normas habituales. Las temperaturas indicadas por el termómetro, especialmente al principio de la destilación, pueden dar útiles indicaciones sobre la naturaleza del disolvente, pero para identificarlo mejor se procede a las reacciones indicadas a continuación.

1 *Alcohol metílico.*—Se reconoce el alcohol metílico con las reacciones indicadas en la página 361. Si la solución acuosa contiene sólo alcohol metílico, o junto con él solamente pequeñas cantidades de acetona (para buscar la acetona, véase el n. 3), se puede deducir la cantidad de alcohol metílico contenida en 100 gr de barniz de la densidad del destilado, sirviéndose de la tabla que figura en la página 62 del tomo I En cambio, si también existe alcohol etílico (para buscarlo se procede como se expone en el n. 2), se determina el alcohol metílico colorimétricamente o por combustión, como está indicado en la página 366. Restando luego de la cantidad total de los dos alcoholes, deducida de la densidad del destilado, sirviéndose de las tablas usuales para la determinación del alcohol etílico, la cantidad de alcohol metílico hallada, se obtiene también la cantidad de alcohol etílico existente en la muestra (1)

2. *Alcohol etílico.*—La investigación del alcohol etílico se lleva a cabo con las siguientes reacciones:

a) Se alcaliniza una pequeña porción del líquido acuoso destilado, con hidrato potásico, se agrega una solución de yodo en yoduro potásico en débil exceso (1 parte de yodo, 1 parte de yoduro potásico y 10 partes de agua) y se calienta ligeramente. En presencia de alcohol etílico se forma un precipitado amarillo claro de yodoformo, bien caracterizable por su olor especial. Pero esta reacción no puede hacerse en presencia de acetona y homólogos, porque también estas substancias dan lugar, en tales condiciones, a formación de yodoformo.

b) Otra porción del líquido acuoso destilado se trata con algunos centímetros cúbicos de ácido sulfúrico diluído y de solución de bicromato potásico y se calienta ligeramente. Expónese luego a los vapores que van desprendiéndose una tira de papel de filtro embebida de una solución de nitroprusiato sódico a la que se habrán añadido 2 ó 3 gotas de piperidina en presencia de aldehído acético, formado por oxidación del alcohol, el papel toma una coloración azul. O bien se suspende de una pipeta una gota de solución de nitropru-

(1) Los pesos específicos del alcohol metílico y del alcohol etílico y de las soluciones que contienen iguales cantidades de los diversos alcoholes son muy próximos por lo tanto, para determinaciones no del todo rigurosas, las tablas usuales destinadas a la determinación del alcohol etílico se pueden aplicar también a la determinación del alcohol metílico o de mezclas de ambos alcoholes.

siato sódico y piperidina y se expone a los vapores que van desprendiéndose en la reacción: en presencia de aldehido acético la gota suspendida de la pipeta se tiñe de azul y la coloración se hace más manifiesta si al cabo de cierto tiempo se hace absorber la gota por papel secante blanco.

Si el destilado no contenía más que alcohol etílico se puede deducir su cantidad de la densidad del destilado, sirviéndose de las tablas usuales para la determinación del grado alcohólico. La cantidad de alcohol indicada por las tablas corresponde al contenido en alcohol de 100 gr de barniz.

3. *Acetona y homólogos.*—Para revelar la acetona y homólogos se trata una porción del destilado con algunas gotas de solución diluída de nitroprusiato sódico y luego se alcaliniza con hidrato potásico: en presencia de acetonas aparece una coloración roja, que acidificando con ácido acético pasa al púrpura.

Para una investigación más rigurosa de la acetona, y para su determinación, se siguen los métodos indicados en la página 358.

Para la determinación de la acetona y homólogos en presencia de alcohol metílico se puede también seguir el método de Messinger, descrito en la página 63 del tomo I.

B) EXAMEN DE LOS DISOLVENTES INSOLUBLES EN EL AGUA.— Éstos pueden ser: el sulfuro de carbono, el cloroformo, el tetracloruro de carbono, los cloroderivados del etano y del etileno, las clorhidrinas, el alcohol amílico, el acetato de amilo, el éter sulfúrico, el benzol y sus homólogos, la esencia de trementina, el aceite de pino, los aceites minerales ligeros, los aceites de resina, de alquitrán, de esquisto, de alcanfor.

Muchos de estos disolventes, como por ejemplo el sulfuro de carbono, el alcohol amílico, el acetato de amilo, el éter, el benzol, etc., pueden fácilmente identificarse y aun mejor si no están mezclados con otros disolventes, teniendo presente su característico olor, su peso específico, su punto de ebullición, y haciendo los ensayos indicados en los respectivos artículos (V. Cap. Productos químicos en el tomo I, y las tablas XXXVII y XXXVIII de este tomo II).

La presencia de cloroderivados podrá ser revelada mediante la reacción con el óxido de cobre. Adáptase al extremo de un hilo de platino un fragmento de óxido de cobre, se encandece a la llama de gas no luminosa, se sumerge en el disolvente en examen y se vuelve a la llama: en presencia de compuestos clorurados ésta se tiñe de verde. Además se podrá descubrir la presencia de cloroderivados haciendo hervir un poco de disolvente con solución alcohólica de potasa; se forma cloruro potásico que se revela fácilmente, con nitrato de plata.

Para los demás disolventes, como por ejemplo la esencia de trementina, el aceite de madera de pino, los aceites minerales lige-

ros, los aceites de resina, de alquitrán, de esquisto, de alcanfor, etc., además de la determinación del peso específico y del punto de ebullición, se deben practicar otras investigaciones, para identificar mejor el disolvente y descubrir la presencia de mezclas, como por ejemplo la determinación del poder rotatorio, la del índice de refracción, la solubilidad en anilina, el comportamiento con ácido nítrico fumante y las reacciones especiales de los aceites de resina, del aceite de pino, de esquisto, de alcanfor.

Los ensayos y determinaciones que se han indicado se practican como se expone a continuación y de sus resultados se deduce la naturaleza del disolvente, confrontando las tablas de la página 451.

1. *Peso específico.* — Determínase a 15° con los areómetros usuales o bien con el picnómetro, teniendo la precaución de filtrar el disolvente para purgarlo de los vestigios de agua que puede contener.

2. *Temperatura de ebullición.*—Destílase el disolvente en un matraz de destilación fraccionada y se observan las temperaturas indicadas por el termómetro.

3. *Poder rotatorio.*—Determínase con el polarímetro de Laurent (a la luz amarilla) en tubo de 10 cm.

4. *Grado refractométrico.* — Esta determinación, que sirve especialmente para identificar la esencia de trementina y para descubrir las adiciones de aceites minerales, se lleva a cabo a 15° con el butirorrefractómetro de Zeiss (pág. 50).

Las esencias de trementina tienen un grado refractométrico que oscila entre un mínimo de 66° y un máximo de 73° (en general 68-72°). Los aceites ligeros de petróleo tienen en cambio un grado refractométrico bastante pequeño entre 0 y 20° (en general entre 10 y 15). Por lo tanto si el disolvente en examen presenta un grado refractométrico inferior a 66° se tendrá un buen indicio para afirmar la presencia de aceites minerales ligeros. Pero hay que advertir que las indicaciones refractométricas no tienen valor más que cuando se trata exclusivamente de mezclas de aceites minerales y de esencia de trementina, porque la presencia de otros disolventes (benzol, por ejemplo) puede conducir a apreciaciones erróneas. En efecto el benzol tiene un grado refractométrico superior a 100°.

5. *Solubilidad en anilina.*—También este ensayo sirve para revelar la presencia de aceites minerales, y se lleva a cabo según las normas expuestas en la pág. 430, es decir se mezclan 5 cm^3 del disolvente con 5 cm^3 de anilina pura, se introduce un termómetro y se agita y calienta hasta obtener una solución límpida y homogénea; déjase enfriar en reposo, y se observa la temperatura a que la solución comienza a enturbiarse (temperatura de enturbiamiento).

6. *Acción del ácido nítrico fumante.*—Es el ensayo más seguro para descubrir la presencia de aceites minerales, y sirve también

TABLA XXXVII

Densidad y temp. de ebull. de algunos disolventes para barnices

DISOLVENTE	Peso específico a 15°	Temperatura de ebullición	DISOLVENTE	Peso específico a 15°	Temperatura de ebullición
Alcohol metílico . .	0,790-0,796	64°-67°	Tetracloruro de carbono	1,600	76°-77°
» etílico . .	0,7942	78°-80°	Tetracloroetano. .	1,600	147°
» amílico . .	0,814-0,816	129°-132°	Pentacloroetano. .	1,700	159°
Éter sulfúrico. . .	0,720-0,722	35 -36°	Dicloroetileno . .	1,25	55°
Acetona	0,7966	55° 56°	Percloroetileno . .	1,62	121°
Aceite de acetona .	0,828-0,842	75°-110°	Diclorhidrina. . .	1,38	174°
Acetato de amilo. .	0,875	138°-139°	Epiclorhidrina . .	1,20	116°-118°
Sulfuro de carbono .	1,272	46°-47°			
Cloroformo. . .	1,49	661°-2°			

TABLA XXXVIII

Caracteres de algunos disolventes para barnices

	Peso específico a 15°	Temperatura de ebullición	Poder rotatorio en tubo de 10 cm	Grado refractométrico al butirrorrefractómetro de Zeiss	Solubilidad en anilina	Acción del ácido nítrico fumante
Esencia de trementina. . .	0,855-0,880	155°-175° (el 80 % debe destilar bajo 163°)	activa (de — 40 a + 77)	66-73	completa (enturbia a 14°-22°)	completamente atacada
Aceite de madera de pino . .	0,862-0,872	155°-180° (la máxima parte entre 165-175°)	activo (de + 14 a + 22)	77-78	completa	completamente atacado
Aceites minerales ligeros . .	0,750-0,820	120°-200°	inactivos	0-20	incompleta (enturbia a 50°-70°)	inatacados
Aceites de alquitrán	0,860-0,900	80°-145°	inactivos	más de 100	completa	atacados con formación de nitroderivados.
Aceite de resina.	0,850-0,950	120°-200°	activo	variable	completa	casi completamente atacado
Aceite de alcanfor.	0,870-0,940	170°-180°	activo	61-76	completa	completamente atacado
Aceite de esquisto . . .	0,720-0,800	120°-200°	inactivo	0-30	incompleta (enturbia alrededor de 50°)	parcialmente atacado

para revelar la presencia del benzol y homólogos. Se procede según las normas señaladas en la pág. 429. Si el disolvente contenía aceites minerales, éstos, quedando inalterados, flotan sobre el líquido ácido, y pasándolo todo al matracito descrito en la página 429 se puede determinar la cantidad de aquéllos.

En cambio si existe benzol y homólogos, son transformados por el ácido nítrico fumante en nitroderivados, que al diluir con agua, pasan al fondo del recipiente. Podrá comprobarse que efectivamente se trata de nitroderivados aromáticos por su olor característico y separándolos del líquido ácido, reduciéndolos con zinc y ácido clorhídrico y demostrando la formación de anilina con la reacción indicada en la página 618 del tomo I.

Si junto con los aceites de alquitrán se hallan pequeñas cantidades de aceites minerales, puede suceder que éstos, disolviéndose en los nitroderivados aromáticos, pasen al fondo del recipiente junto con los nitrobenzoles y homólogos. En tal caso se recoge la capa separada y se somete a destilación en un matraz, recogiendo sólo las primeras porciones de destilado, que contendrán la máxima parte de los aceites minerales ligeros. Se trata el destilado con ácido clorhídrico y zinc (enfriando algo) para reducir los nitrocompuestos, y luego se diluye con agua: las anilinas formadas, en estado de clorhidratos, se disuelven en el agua y los aceites minerales se separan en forma de gotículas ligeras poco coloradas.

7. *Reconocimiento de los aceites de resina.*—Se emplean los métodos expuestos en la página 431.

8. *Reconocimiento del aceite de pino.*—La presencia del aceite de pino puede revelarse por su temperatura de ebullición (V. tabla de la pág. 451) y practicando las reacciones indicadas en la pág. 432.

9. *Reconocimiento de los aceites de esquisto.*—La identificación de los aceites de esquisto no es siempre fácil. Por su densidad, por su grado refractométrico, por su insolubilidad en anilina se acercan mucho a los aceites minerales, pero difieren de ellos por ser parcialmente atacados por el ácido nítrico fumante.

10. *Reconocimiento del aceite de alcanfor.*—Ensáyanse las reacciones indicadas en la página 433.

2. Examen del residuo.—Por el aspecto que presenta el residuo obtenido por destilación en corriente de vapor, se puede fácilmente advertir si se está en presencia de barnices volátiles o de barnices grasos. Los barnices volátiles dejan un residuo resinoso, compacto y frágil; los barnices grasos en cambio, dejan un residuo más o menos denso, de aspecto aceitoso y con el olor característico de los aceites secantes.

Los ensayos a practicar en uno y otro caso son los siguientes:

A) Para los barnices volátiles.—Para este género de barnices se pueden realizar las investigaciones señaladas a continuación.

1. *Cenizas.*—En una cápsula de porcelana tarada se pesan 10-15 gr de la muestra, se evapora el disolvente, se carboniza con precaución el residuo, y se calienta por algún tiempo en la mufla al rojo obscuro. Una vez enfriado en el desecador se pesa. De la cantidad de cenizas pesada se deduce si el barniz contenía o no substancias minerales.

Luego se procede al análisis cualitativo de las cenizas; la presencia de plomo, manganeso y calcio puede indicar que el barniz contenía resinatos, la presencia de carbonato sódico en cantidad considerable será indicio de que el barniz contenía jabones, y la presencia de ácido bórico o boratos de que contenía lacas solubilizadas con dichas substancias.

2. *Identificación de las resinas.*—La identificación de las resinas no es cosa fácil, porque a menudo en un mismo barniz se mezclan diversos tipos de resinas, y porque en general las resinas para barnices se someten a tratamientos especiales, encaminados a favorecer su solubilización, pero que, como ya se ha indicado, alteran sus propiedades físicas y químicas.

En casos no muy complejos se puede tener algún indicio sobre la naturaleza de las resinas evaporando el disolvente y ensayando sobre el residuo las reacciones específicas de las diversas resinas, observando su comportamiento con respecto a los disolventes, determinando las constantes y especialmente el número de acidez y saponificación y el número de yodo. Sobre el mismo residuo se buscan además las substancias más comunes que pueden entrar en la composición de los barnices, como por ejemplo el alquitrán, el asfalto, la goma elástica, la nitro y la acetilcelulosa.

3. *Reconocimiento de la nitrocelulosa.*—En una cápsula perfectamente seca se trata un poco del residuo obtenido por evaporación del disolvente (véase anteriormente) con ácido sulfúrico concentrado que tenga en disolución un poco de difenilamina. En presencia de nitrocelulosa se observa la intensa coloración azul debida al ácido nítrico y a los nitroderivados. Hay que advertir sin embargo que a veces las nitrocelulosas experimentan una desnitración parcial, de suerte que dan sólo débilmente la reacción con la difenilamina. En tales casos es recomendable verificar también el ensayo indicado en el n. 4, b.

4. *Reconocimiento de la acetilcelulosa.—a)* Se trata un poco del residuo obtenido por evaporación del disolvente (véase anteriormente) con ácido sulfúrico concentrado y se calienta ligeramente. En presencia de acetilcelulosa se advertirá el olor característico del ácido acético, y agregando un poco de alcohol, el olor agradable del éter etilacético.

b) Se hierve un poco del residuo con ácido clorhídrico de D = 1,1, se neutraliza y en la solución se investigan los azúcares con

licor de Fehling. En presencia de celulosa ocurrirá la reducción del reactivo cúprico debida a azúcares reductores formados a partir de la celulosa.

5. *Reconocimiento de la goma elástica, del alquitrán, del asfalto, etc.*—La presencia de estas substancias se revela por el color (alquitrán, asfalto) y por el olor característico que despiden al ser quemadas.

B) Para los barnices grasos.—Las investigaciones más importantes que pueden verificarse sobre estos barnices son las que sirven para revelar la presencia de resinatos, de resinas, de las substancias colorantes minerales y cargas o densificantes, y para establecer los caracteres del aceite secante.

El procedimiento que hay que seguir es el siguiente:

1. *En ausencia de substancias minerales.*—Recógese en un filtro mojado con agua el producto obtenido en la destilación del barniz con el vapor de agua (pág. 446), y cuando toda el agua ha pasado, se vierte el residuo aceitoso en un doble filtro seco, se filtra en estufa a la temperatura de 50-60°, recogiendo el filtrado en un recipiente seco. Sobre el filtrado se hacen los siguientes ensayos:

a) Reconocimiento de los secantes.—Incinérase cierta cantidad del aceite filtrado y se procede al análisis de las cenizas. En ellas se buscará el plomo, el manganeso y el calcio, que podrán provenir de oleatos y de resinatos.

b) Reconocimiento de la resina.—Agítase el aceite en examen con un volumen igual de alcohol de 70°-80°, se filtra el líquido alcohólico, se evapora y sobre el residuo se ensayan las reacciones de la resina (tomo I, pág. 525).

Los aceites vueltos secantes con resinatos contienen una pequeña cantidad de resina debida al secante. La adición de resina podrá admitirse sólo cuando el extracto alcohólico sea abundante, y el número de acidez del aceite filtrado sea elevado (superior al menos a 10-12).

c) Caracteres del aceite.—Para establecer por fin los caracteres del aceite secante se practican sobre el residuo aceitoso, agotado con alcohol para expulsar la resina, los ensayos indicados en el tomo I, página 593.

2. *En presencia de substancias minerales.*—Agítase la muestra, para homogeneizarla en lo posible, y se pesan en un matraz cónico unos 50 gr. Agréganse 50-60 cm^3 de benzol y se hierve por algún tiempo con refrigerante de reflujo. Después de enfriar se filtra y se repite por dos o tres veces el tratamiento con benzol hasta agotamiento. En el filtro quedan los colores minerales y demás substancias minerales adicionadas para dar cuerpo o propiedades especiales al barniz, que se analizan aparte por los métodos habituales. En la solución benzólica se encuentran: el aceite secante, las resinas y los resinatos, que previa evaporación del disolvente, se analizan según 1.

CAPÍTULO XI

CAUCHO Y GUTAPERCHA

El *Caucho* (*Goma elástica*) proviene de la coagulación del látex de numerosas plantas pertenecientes a diversas familias, y principalmente a las euforbiáceas, artocarpáceas, apocináceas. Cualesquiera que sean su origen, procedencia y modo de preparación, su valor depende esencialmente del contenido en hidrocarburos (*Caucho puro*) y de las substancias que lo acompañan (materias resinosas, impurezas diversas).

Además del caucho en estado *bruto* se halla también en el comercio el *depurado* pero uno y otro no se usan generalmente sin ulterior tratamiento en la fabricación de objetos, que están en efecto formados por *Caucho vulcanizado* es decir al que mediante especiales procesos se le ha incorporado azufre, para comunicarle particulares propiedades.

Además muy a menudo los objetos de caucho contienen, mezcladas con él, substancias diversas, que se le agregan ya para darle especiales caracteres, ya para sofisticarlo.

Con la adición de una fuerte cantidad de azufre y de otras substancias especialmente minerales, en determinadas condiciones, se obtiene del caucho la *Ebonita* (o *Ebanita*), dotada de propiedades bastante distintas de las del caucho ordinario.

Recientemente se ha obtenido el *Caucho sintético*, que hasta hoy no ha adquirido importancia como producto industrial. No deben confundirse con él los *Sucedáneos* (principalmente los *Factis*), que desde hace tiempo se emplean comúnmente, ya solos, ya más a menudo mezclados con el caucho.

Semejante al caucho es la *Gutapercha*, que se obtiene del látex de algunas sapotáceas.

A continuación se exponen los principales ensayos y las determinaciones que pueden verificarse sobre estos productos y sobre los objetos con ellos fabricados.

CAUCHO EN BRUTO Y DEPURADO

El caucho en bruto se presenta en masas o en panes de forma y dimensiones diversas según la clase y procedencia, que a menudo en sección se presentan estratificados, y no es raro que aparezcan impurezas o cuerpos extraños ocluídos; su color varía entre amarillento y pardo; su olor es empireumático más o menos marcado; D = 0,91-0,97; tiene mucha elasticidad, pero la pierde enfriándolo a 0° o calentándolo a 60°; a unos 100° empieza a reblandecerse, y funde hacia 180° dando un líquido negruzco que por enfriamiento queda pastoso, pero difícilmente y sólo al cabo de mucho tiempo recobra la solidez.

El caucho es insoluble en el agua, en el alcohol y en la acetona; en el éter, en la bencina, en el benzol, en el sulfuro de carbono, en la esencia de trementina y en algunos aceites etéreos se hincha y poco a poco se disuelve más o menos completamente.

El caucho depurado se presenta en haces rugosos y agujereados, o bien en bloques, o en láminas u hojas; y difiere del caucho en bruto por ser más compacto y homogéneo y por no contener oclusiones de materias extrañas.

Para el análisis del caucho en bruto o del depurado se toma la muestra cortando tiras de las diversas partes de la masa, recortándolas y revolviendo los menudos fragmentos obtenidos: sobre todo debe evitarse emplear para el análisis la parte externa de la masa, cuya composición es a menudo algo diferente de la parte interna.

Las principales investigaciones y determinaciones que deben hacerse sobre el caucho en bruto o el depurado son las siguientes:

1. **Determinación de la humedad.**—El método más exacto para esta determinación consiste en partir de 1 gr aproximadamente de muestra, recortado en pequeños pedazos y exactamente pesado, y desecarlo a la temperatura ordinaria en el vacío sobre ácido sulfúrico, hasta constancia de peso, lo cual requiere de ordinario algunos días; el intervalo entre las dos últimas pesadas corcordantes debe ser por lo menos de veinticuatro horas.

Más rápida, pero menos exacta por las alteraciones que los componentes del caucho pueden experimentar por el calor y por el contacto del aire, es la determinación de la humedad por desecación en estufa a 60°, que requiere de ordinario unas diez horas. Otros por fin recomiendan la desecación en estufa a 105-110°, en corriente de anhídrido carbónico, por cuatro horas.

2. **Determinación de las cenizas.**—Para determinar las cenizas se incinera cuidadosamente, en un crisol de platino, 1 gr aproximadamente de substancia (puede servir la misma sobre la cual se deter-

minó la humedad), procurando calentarla al principio sobre llama pequeña para volatilizar la mayor parte de las substancias orgánicas.

3. Determinación de las substancias resinosas.—Unos 5 gr de substancia, exactamente pesados, se desecan, y se extraen en un aparato extractor con unos 150 cm^3 de acetona; la extracción se verifica de ordinario en no más de 10 horas, pero en algunos casos puede requerir mucho más tiempo. De la solución obtenida se destila la mayor parte de disolvente, y el residuo se deseca a 80° hasta peso constante; éste representa, con suficiente aproximación, la resina contenida en la substancia empleada.

4. Determinación del caucho puro.—Entre los muchos métodos que se han propuesto se deben mencionar los siguientes:

a) Método de Spence.—El caucho de que se ha extraído la resina con la acetona (n. 3) se deseca en el vacío sobre ácido sulfúrico hasta peso constante. Pésanse luego exactamente unos 1,5 gr y se tratan en frío con unos 100 cm^3 de benzol, agitando a menudo y vivamente hasta disolución, lo cual requiere de ordinario algunas horas, pero a veces algunos días; pásase la solución a un recipiente graduado de 200 cm^3 con benzol, se mezcla perfectamente y se filtra. A tal fin se emplea un embudo en que se introduce un copo de lana de vidrio, y que junto con ésta ha sido secado a 65° y tarado; antes de filtrar se humedece la lana de vidrio con benzol, y durante la filtración se tiene cubierto el embudo con un vidrio de reloj.

Recógese una parte alícuota del filtrado (100 cm^3 o menos si la filtración es muy lenta), en un matraz cónico tarado, se destila la mayor parte del benzol, se evapora el resto en baño maría y se deseca en el vacío; el residuo pesado representa el *caucho puro soluble*, que por el cálculo se refiere a ciento de la substancia primitiva.

Una vez recogida la parte de filtrado antes indicada, se diluye el remanente que ha quedado en el matraz de 200 cm^3 con benzol en la cantidad necesaria para facilitar la filtración, y se prosigue filtrando con el mismo embudo; la parte insoluble que se halla en el matraz se pasa también al embudo; lávase todo sobre el filtro con benzol, luego con alcohol, se deseca a 65°, se deja enfriar en el vacío sobre ácido sulfúrico y se pesa; su peso, restada la tara del filtro, y referido también a ciento de la substancia primitiva, representa el *caucho insoluble* más, si existen, las *impurezas insolubles*.

b) Método de Harries-Fendler.—Una vez separada del caucho la resina con la acetona (n. 3) se pesa exactamente alrededor de 1 gr; disuélvese en 75 cm^3 de benzol en frío, en un vaso tarado, y se satura de vapores nitrosos. Estos se obtienen tratando en un matraz el almidón o el anhídrido arsenioso con ácido nítrico de $D = 1,3$, calentando con cuidado; el matraz se cierra, en cuanto el desprendimiento gaseoso se ha regularizado, mediante un tapón de corcho

con dos orificios, por uno de los cuales pasa un embudo de llave, y por el otro un tubo de desprendimiento que comunica con la parte inferior de una torre de anhidrido fosfórico, cuya parte superior comunica con un tubo algo largo, tarado junto con el vaso. Los vapores nitrosos se hacen pasar por la solución de caucho durante unas dos horas, agregando de vez en cuando benzol para substituir al evaporado; así el caucho precipita en forma de *nitrosito*.

Déjase luego en reposo por una hora, decántase el líquido en un filtro, lávanse el vaso y el filtro con éter de petróleo; pásanse al vaso las partículas de nitrosito caídas en el filtro, y se pone el vaso con el tubo en un desecador de vacío, dejándolo hasta peso constante; así se tiene el peso del nitrosito bruto. Trátase luego el nitrosito con 50 cm^3 de acetona, calentando al baño maría; filtrase por filtro tarado, lávase el residuo con acetona, sécase y pésase el vaso con el tubo y con el filtro; el peso del residuo insoluble en acetona, así obtenido, se resta del peso de nitrosito en bruto, y se obtiene el del nitrosito puro; del cual se deduce el de *caucho puro* sabiendo que 1 gr de éste corresponde a 2,125 gr de nitrosito. El resultado se refiere a ciento de la substancia primitiva.

* * *

La composición del *Caucho en bruto* varía bastante con el origen botánico, con la procedencia, con el modo de recolectarlo y de prepararlo; y puede presentar, aun dentro de la misma clase, oscilaciones bastante notables dependientes de variadas circunstancias.

El caucho en bruto puede contener cantidades de *agua* muy diversas; de ordinario las clases comerciales contienen 1 a 8 por 100 aproximadamente de humedad, pero a veces la cantidad es mucho mayor y puede en algún caso de clases muy malas llegar a 40 por 100.

Las *materias minerales*, cuando el caucho no está mezclado con arena, arcilla, etc., a causa de la mala preparación o como fraude, existen en pequeña cantidad; las mejores clases (Pará) dejan apenas 0,3-0,6 por 100 de cenizas, las otras clases usuales (Ceará, Mangabeira, Negrohead, cauchos africanos y asiáticos indígenas) dejan de ordinario 1 a 4 por 100.

Sobre la bondad de un caucho influye particularmente su contenido en *substancias resinosas*, porque el caucho es tanto mejor cuanto más pobre sea en resinas. El tanto por ciento de éstas en los cauchos en bruto es variabilísimo, pues oscila entre 1 y 40 por 100, y en algunos tipos malos puede llegar a superar este límite. Las mejores clases americanas (Pará, buenos Ceará) contienen de 1 a 4 por 100 de resina; las clases americanas más corrientes (Mangabeira, Caucho, etc.) contienen de ordinario mayor cantidad, a menudo 6-12 por 100 y más; el guayule de Méjico, clase muy floja, 20-25 por 100. Las buenas clases africanas contienen cantidades de resina variables entre 2 y 12 por 100, pero las más malas pueden contener de 20 a 40 por 100 y más. Los cauchos asiáticos indígenas de buena calidad (Borneo, Assam, Manaos, etc.) contienen de ordinario 5-20 por 100 de resina, pero las más bajas pueden contener mucha más. En cambio los cauchos asiáticos de plantación (pará de Ceylán y de Malaca) contienen solamente 1-4 por 100 de resina.

El componente esencial y más importante para las propiedades del

producto es el *caucho puro* (soluble), cuyo contenido varía de un modo inverso con las impurezas mencionadas; así, los mejores cauchos americanos contienen alrededor de 90 por 100 (junto con cierta cantidad de caucho insoluble), los otras clases de América meridional de 80 a 90 por 100, el guayule unos 75 por 100, las clases africanas y asiáticas indígenas corrientes 60-85 y a veces hasta 90 por 100, los cauchos de plantación de ordinario 95 por 100 y más.

En el *Caucho depurado* se han separado en gran parte las materias extrañas y las substancias minerales, además de haber quedado privado por desecación de casi toda la humedad. La pérdida por lavado, es decir, la diminución de peso que experimenta el caucho en bruto a consecuencia de la depuración, depende de su composición, y especialmente del contenido en materias extrañas y en humedad; y para las mejores calidades es de apenas 10 por 100 o menos (unos 5 por 100 para ciertos cauchos de plantación), para las clases buenas (Pará) va de 10 a 20 por 100, y para las corrientes puede llegar a 40 por 100 y más.

FACTIS

Con este nombre se designan algunos sucedáneos del caucho preparados con aceites grasos (de lino, de algodón, de colza, de camelina, de maíz, de soya, de cacahuete, de ricino y otros, y también aceites oxidados) y azufre o cloruro de azufre. Los *Factis pardos* están preparados calentando los aceites con el azufre y tienen de ordinario el aspecto de masas pardas, compactas, algo elásticas. Los *Factis blancos* están preparados calentando los aceites con cloruro de azufre y se presentan en masas blanco-amarillentas, ligeras, compactas o esponjosas, elásticas. Unos y otros son insolubles en el agua y en los ácidos diluídos, casi insolubles en el alcohol y en la acetona; disuélvense en el éter, en el cloroformo, en el sulfuro de carbono, pero lentamente; se saponifican completamente con la potasa alcohólica.

Hay que advertir que a menudo los factis se hallan en el comercio mezclados con diversas materias extrañas, como substancias minerales, aceites minerales, vaselina o parafina, resinas y aceites de resina, betunes, alquitranes, etc. A veces los factis blancos se tiñen artificialmente con colores orgánicos artificiales solubles en las grasas.

El análisis de estos productos comprende las siguientes determinaciones:

1. **Determinación de la humedad:**—Unos 5 gr de substancia se desecan a 100° 105° hasta peso constante.

2. **Determinación de las cenizas.**—Unos 5 gr de substancia se calcinan en cápsula de porcelana y se pesa el residuo.

3. **Determinación del azufre total.**—2-3 gr de substancia se introducen, por pequeñas porciones, en una cápsula de porcelana que contenga 20 cm^3 de ácido nítrico concentrado; al cabo de una hora aproximadamente se pone la cápsula en un baño maría que se calienta

poco a poco; se evapora hasta consistencia siruposa, se añaden algunos centímetros cúbicos de ácido nítrico fumante y se evapora de nuevo. Al residuo se agrega un trocito de potasa cáustica y un poco de nitro, se calienta poco a poco con cuidado hasta fusión, se deja enfriar y se disuelve y se precipita el ácido sulfúrico en estado de sulfato de bario, que se pesa, y se calcula el peso del azufre.

4. Determinación del azufre en los ácidos grasos. — Saponifícanse con potasa alcohólica 10 gr de substancia, se descompone el jabón con un ácido, y en una parte alícuota de los ácidos grasos separados se determina el azufre fundiéndolos con potasa cáustica y nitro y precipitando el ácido sulfúrico en estado de sulfato de bario.

Por diferencia entre el azufre total y el de los ácidos grasos se obtiene el azufre libre.

5. Determinación del cloro.—En tubo cerrado se calientan 2-3 gr de substancia con ácido nítrico concentrado y algún cristalito de nitrato de plata; recógese el cloruro de plata formado. La misma determinación se verifica también sobre los ácidos grasos.

6. Determinación de las substancias insolubles en acetona.— Unos 3 a 5 gr de substancia, exactamente pesados y finamente divididos, se extraen con acetona, por 4 horas, en un aparato de extracción; destílase la mayor parte del disolvente y se deseca y pesa el residuo, que comprende principalmente el azufre libre, los aceites grasos no combinados con el azufre y, de existir, los aceites minerales y de resina.

En el extracto acetónico se puede hacer la determinación directa del azufre (azufre libre), y si existen la de las substancias grasas y de las substancias insaponificables. A veces se determina también el azufre en el residuo insoluble en acetona; así se tiene el azufre combinado, que corresponde aproximadamente al determinado en los ácidos grasos (n. 4).

7. Determinación de las substancias insaponificables.—Determínanse por los métodos indicados para tal determinación en las grasas (V. Cap. Substancias grasas, tomo I, pág. 522).

8. Otras determinaciones.—Comprenden el número de saponificación, el número de yodo y el número de acetilo, y se verifican con arreglo a los métodos ordinarios (V. Cap. Substancias grasas, en el tomo I). A propósito del número de yodo hay que advertir que siendo los factis lentamente solubles en el cloroformo, hay que dejarlos en contacto con este disolvente al menos 12 horas, agitando a menudo, antes de agregar la solución de yodo; además, ya que el factis retiene tenazmente el yodo, en la valoración final hay que agitar largo tiempo y vivamente.

* * *

Los *Factis blancos* contienen generalmente 6-9 por 100 de *azufre* y una cantidad aproximadamente igual de *cloro*; los *Factis pardos* contienen de ordinario 15-18 por 100 de *azufre*, pero a veces mucho menos, hasta sólo 3-6 por 100. El azufre libre debe estar en pequeña cantidad, y en general no pasa de 1 por 100.

Las *cenizas*, en los buenos factis no mezclados con substancias minerales, no exceden de 3 por 100.

El *número de yodo* de los factis es siempre muy inferior al de los aceites de que se han obtenido; el número de yodo de los ácidos grasos es aproximadamente triplo del número de yodo del producto sin previa preparación.

El *número de saponificación* de los factis es de ordinario mucho más elevado que el de los aceites empleados para prepararlos.

En cuanto a las mezclas de los factis con otras substancias, como aceites minerales, no se debe en general considerarlas como sofisticaciones, pues pueden prestar útiles servicios en determinados casos, cuando su composición sea exactamente conocida; y por análogo motivo no se puede establecer un límite para la cantidad de las substancias adicionadas.

CAUCHO VULCANIZADO Y MANUFACTURADO

La vulcanización del caucho se lleva a cabo tratándolo con cloruro de azufre o calentándolo con azufre. Pero los objetos de caucho no están, en la mayor parte de casos, fabricados con caucho puro vulcanizado, sino que constan de mezclas de éste con otras varias substancias, ora orgánicas, ora inorgánicas. Entre las substancias orgánicas pueden hallarse especialmente los factis blancos o pardos, y además aceites grasos, aceites oxidados, ceras, aceites minerales, parafina o ceresina, resinas y aceites de resina, betunes, alquitranes y peces, almidones o féculas, colorantes orgánicos artificiales. Entre las substancias inorgánicas son numerosísimas las que pueden hallarse en el caucho, como carga, o para teñirlo; por ejemplo talco, caolín, amianto, creta, yeso, cal, pómez, vidrio, sílice, arcilla, grafito, sulfuro de antimonio, cinabrio, minio, litargirio, albayalde, blanco de zinc, litopón, sulfato de bario, etc.

Dada la composición tan variada y compleja de los cauchos manufacturados, no es siempre fácil el análisis completo de ellos y la determinación exacta de los distintos componentes; los métodos analíticos que hayan de seguirse pueden variar según el género de productos que se deban examinar.

Los ensayos y las determinaciones que más comúnmente se hacen son los indicados a continuación. Hay que añadir que en todo caso la muestra para el análisis debe ser tomada de modo que represente en lo posible la composición media del objeto, y debe desmenuzarse en pequeños fragmentos.

1. **Determinación de la humedad.**—Aproximadamente 1 gr de

la muestra se deseca a 105°-110° por 4 horas, preferentemente en corriente de anhídrido carbónico.

2. Determinación de las cenizas.—Aproximadamente 1 gr de substancia se incinera en cápsula de porcelana, usando al principio una pequeña llama, de modo que se volatilicen casi todas las substancias orgánicas sin quemarlas. Auméntase luego gradualmente la llama, evitando encandecer demasiado el residuo. Aun operando con estas precauciones, la cantidad de cenizas que se halla no representa más que aproximadamente la cantidad de las substancias minerales agregadas, a causa de las alteraciones que algunas de ellas sufren con el calor. Las cenizas se someten luego a un análisis cualitativo.

3. Determinación del azufre total.—Determínase como se ha indicado para el factis (n. 3).

4. Determinación del cloro.—Fúndese 1 gr de la substancia con nitro y carbonato sódico; disuélvese la masa fundida en agua, acidifícase con ácido nítrico y en la solución obtenida se determina el cloro por pesada al estado de cloruro de plata o volumétricamente por el método de Volhard.

5. Determinación del antimonio y del mercurio.—Pueden hallarse, especialmente el primero, en los cauchos manufacturados, en estado de sulfuros. Para determinarlos, se introducen en un matraz de unos 150 cm^3, 0,5 gr de substancia y 10 gr de persulfato amónico, y se agregan 10 cm^3 de ácido nítrico fumante; al cabo de algunos minutos, terminada la reacción principal, se calienta con cuidado sobre baño de arena para completar la reacción, agregando si conviene otros 2 ó 3 gramos de persulfato para completar la oxidación; cuando dejan de desprenderse vapores nitrosos se deja de calentar (la oxidación completa no requiere más de una hora), y en cuanto en la masa comienzan a formarse cristales, se agregan 10 cm^3 de ácido clorhídrico de D = 1,124 y luego agua caliente; se filtra, se diluye, y en la solución se precipitan por el método usual el antimonio y el mercurio como sulfuros.

En la práctica se obtienen resultados suficientemente aproximados pesando los sulfuros privados del exceso de azufre mediante sucesivos lavados con alcohol, éter y sulfuro de carbono. y disolviendo el sulfuro de antimonio con un polisulfuro alcalino y pesando el sulfuro mercúrico después de haberlo privado del exceso de azufre.

6. Determinación de las substancias solubles en acetona.—Se extraen 2 3 gr de substancia en aparato de extracción con acetona, por 6-10 horas; se evapora a sequedad el extracto acetónico en una cápsula de porcelana tarada y se pesa. El residuo pesado comprende el azufre libre, las resinas (resina de caucho y resinas agregadas, exceptuadas unas pocas que son insolubles en acetona), los aceites grasos y las ceras, los aceites de resina, los aceites minerales y parafinas.

En el extracto acetónico se puede determinar el azufre (azufre libre) y buscar en él con los métodos usuales las diversas substancias antes citadas, y determinar las substancias saponificables e insaponificables.

7. Determinación de los betunes, alquitrán, pez.—Cuando se sospecha la presencia de estas substancias, se extrae el residuo insoluble en acetona (sin expulsar la acetona restante y utilizando el mismo extractor) con piridina (unos 60 cm^3), que se calienta hasta ebullición mediante un baño de aceite calentado a unos 120°.

La extracción queda terminada cuando el papel que contiene la substancia, y que primero se había vuelto pardo, queda de nuevo decolorado, lo que requiere 1-2 horas. Una extracción demasiado prolongada debe evitarse, porque en tal caso la piridina disolvería una cantidad sensible de caucho. La solución pirídica se evapora al baño de aceite sobre cápsula de porcelana tarada; el residuo representa el betún, el alquitrán y la pez contenidos en la substancia empleada.

8. Determinación de los factis y de los aceites oxidados.—La substancia insoluble en acetona (o bien, si ha sido necesario el tratamiento con piridina, el residuo insoluble en esta última, lavado con acetona) se deseca, pesa, y hace hervir por 4 horas con 25 cm^3 de potasa alcohólica seminormal, en un matracito remontado por un refrigerante de reflujo. Si la cantidad de factis presente es muy fuerte, es conveniente decantar el líquido alcalino y repetir sobre el residuo el tratamiento con otros 25 cm^3 de potasa alcohólica. Dilúyese un poco con agua, se filtra con un filtro tarado y se lava el residuo insoluble con agua hirviente, recogiéndolo sobre el filtro, hasta que el agua de loción pase neutra. Desécase por fin el residuo con el filtro a 100°-105° y se pesa; la diminución de peso representa los factis, y si los hubiese, los aceites oxidados.

La solución alcalina filtrada puede servir, si conviene, para diversas investigaciones y determinaciones, particularmente las del azufre (azufre de los factis) y del cloro (de los factis blancos). En una parte de la misma solución se pueden separar los ácidos grasos para examinarlos.

Hay que advertir que la cantidad de factis hallada por el método antes indicado, no representa la efectivamente agregada a la mezcla, porque una parte de los componentes del factis del comercio es soluble en acetona; representa, en efecto, solamente la cantidad de los aceites sulfurados o sulfoclorurados que forman los componentes esenciales de los factis.

9. Determinación del caucho puro y del azufre y cloro combinados con él.—En el residuo de la determinación precedente, es decir en la porción insoluble en la potasa alcohólica, se pueden determinar en conjunto el caucho puro y el azufre y el cloro combinados con él, con los siguientes métodos.

a) Extracción con disolventes.—Los disolventes más apropiados a este fin son: el petróleo (fracción hirviente entre 230° y 260°), el nitrobenzol (preferentemente adicionado de un poco de cloroformo), y la α-nitronaftalina. Con los dos primeros se extrae a la ebullición; con la α-nitronaftalina se hace digerir la substancia a 180°, durante una hora, agitando a menudo. Después de enfriar se agrega un exceso de éter o de éter de petróleo si se ha empleado el petróleo o el nitrobenzol, o de benzol si se ha usado la nitronaftalina; déjase en reposo por 24 horas para dar lugar a la sedimentación de las substancias insolubles y se filtra por filtro tarado, o mejor con aspiración en un crisol de Gooch a cuyo fondo se adapta un doble disco de papel de filtro; se lava sobre el filtro el residuo insoluble con el mismo disolvente empleado en la dilución, se deseca a 100°-105° y se pesa. La diferencia entre el peso antes del tratamiento con los disolventes y el hallado después de ese tratamiento, corresponde a las substancias disueltas, es decir, al caucho puro y al azufre y al cloro combinados con él. En la solución, una vez eliminado el disolvente, se puede si conviene determinar el azufre y el cloro.

b) Método de Harries-Fendler.—El residuo del tratamiento con potasa alcohólica se trata con benzol, se abandona hasta embeberse de este líquido, hinchándose, y se procede como se ha indicado para el caucho en bruto (4 *b*). En el tratamiento final con acetona, ésta disuelve, además del nitrosito puro, el azufre y el cloro combinados con el caucho.

10. Investigación de las substancias minerales y otras substancias inertes.—El residuo de la determinación precedente, es decir la parte insoluble en los disolventes del caucho (o la parte insoluble en acetona si se ha seguido el método al nitrosito), puede contener las substancias minerales, el carbono, y diversas substancias orgánicas inertes (almidón y otros carbohidratos, fibras textiles vegetales, etc.) Algunas de estas substancias, como las fibras, pueden reconocerse con un examen a simple vista o al microscopio; el almidón puede ser extraído con agua hirviente y reconocido mediante el yodo; las substancias minerales pueden identificarse con las reacciones del análisis cualitativo.

11. Ensayos técnicos.—Además del análisis químico, se llevan a cabo sobre el caucho manufacturado ensayos técnicos, que varían con los usos a que los objetos manufacturados van destinados, y que en suma son los siguientes (1):

a) Ensayos químicos.—Hay que probar a veces la resistencia del caucho a la acción de los ácidos, de los álcalis, de las soluciones

(1) Véase para mayores detalles: Post-Neumann, *Traité complet d'analyse chimique appl. aux essais industriels*, 2.ª ed. franc. por Chenu y Pellet, vol. III (París, 1912); Tassilly, *Caoutchouc et gutta-percha* (París, 1911); Hinrichsen, *Das Materialprüfungswesen* (Stuttgart, 1912).

salinas, del cloro, de los oxidantes, o bien de los aceites grasos o de los aceites minerales. Tales pruebas se verifican sometiendo la muestra a la acción de las diversas substancias citadas, en las condiciones prescritas para cada caso particular, a temperatura determinada y por un tiempo establecido, y observando las alteraciones experimentadas por la muestra.

b) PRUEBAS FÍSICAS.—Para algunos objetos hay que comprobar la impermeabilidad para el agua o para los gases; para otros el poder aislante para la electricidad; en otros casos debe establecerse el comportamiento con respecto al calor al aire (a 135° por 2 6 horas), o con respecto al vapor de agua recalentado (a 130°-170° y por tiempos diversos según los casos), o la resistencia a la luz.

c) PRUEBAS MECÁNICAS.—Las principales son las de elasticidad, de resistencia a la tracción, a la compresión, al choque, al rozamiento, de flexibilidad: para cada una de ellas existen especiales aparatos y normas.

* * *

Con respecto a la *composición* química del caucho manufacturado, no se pueden dar prescripciones generales, porque las diversas substancias, orgánicas y minerales, que se pueden mezclar al caucho, según la clase de objetos y el uso a que se destinan, ora pueden admitirse, ora deben excluirse.

En general, un *buen caucho* debe ser homogéneo, compacto, flexible, elástico; no debe contener burbujitas o esponjosidades; cortado, debe presentar una sección neta y brillante. No debe alterarse fácilmente con el tiempo, y a tal fin es de importancia que no contenga más que en mínima cantidad azufre libre; también la adición de factis, especialmente no bien preparados, influye desfavorablemente en la duración. En particular, el caucho manufacturado debe presentar, así por la composicion, como con respecto a los ensayos técnicos, los requisitos prescritos en cada caso particular.

EBONITA

El análisis de la ebonita es más difícil que el del caucho vulcanizado ordinario, porque es menos atacada por los disolventes. Para el análisis, la muestra debe ser finamente pulverizada. Las determinaciones de la humedad, de las cenizas, del azufre, etc., se verifican como en el caucho manufacturado; la extracción con acetona debe ser prolongada, a veces hasta 1 ó 2 días, para que sea completa. El residuo insoluble en la acetona se extrae primero con epiclorhidrina por 3 horas para expulsar las resinas insolubles o casi insolubles en acetona (copal, mástico, ámbar), y luego con piridina como se ha indicado en Caucho vulcanizado; y después se pasa al tratamiento con potasa alcohólica para disolver el factis pardo que pueda existir. El residuo de este último tratamiento comprende el caucho puro, el azufre unido con él y las materias minerales; en una porción de este

residuo se determinan las cenizas y el azufre, y en otra porción el azufre total, de la que si se restan las cenizas se tiene el azufre combinado con el caucho; el caucho puro se calcula por diferencia.

GUTAPERCHA

La *Gutapercha* consta esencialmente de hidrocarburos sólidos (*Guta*) y de materias resinosas (*Fluavila, Albana*), y puede además contener diversas impurezas. En estado bruto se presenta en masas o en panes de diferente forma y tamaño; su color varía entre blanco sucio y pardo rojizo; tiene ligero olor particular; D = 0,96-1; no es elástica, pero sí flexible y plástica, y la plasticidad aumenta al calentar a unos 60°-70°; funde a unos 120° y a temperatura más elevada se descompone. Es un excelente aislante para la electricidad.

La gutapercha es insoluble en el agua, soluble sólo en pequeña parte en el alcohol y en el éter anhidros; disuélvese en el benzol, en el sulfuro de carbono, en el cloroformo, y menos fácilmente en el éter de petróleo.

Sobre la gutapercha se procede principalmente a los siguientes ensayos y determinaciones.

1. **Determinación de la humedad.**—Practícase como en el caucho en bruto.

2. **Determinación de las cenizas.**—Como en el caucho en bruto.

3. **Determinación de las impurezas insolubles.**—Caliéntanse 1-2 gr de substancia, previamente desecados, con unos 100 cm³ de cloroformo, al baño maría, en un matraz provisto de refrigerante de reflujo, fíltrase preferentemente con filtro de lana de vidrio previamente tarado; se lava el residuo insoluble con cloroformo, se deseca y se pesa.

4. **Determinación de la guta.**—La solución en cloroformo, obtenida en la determinación precedente, se evapora hasta el volumen de unos 10-15 cm³, y se vierte poco a poco, agitando, en un matraz cónico que contenga 75 cm³ de acetona hirviente, lavando luego el recipiente que contenía la solución con una pequeña cantidad de cloroformo, que se vierte también en la acetona. Síguese hirviendo el conjunto por 10 minutos con refrigerante de reflujo, y de tal suerte la guta, que se precipita, se agrupa en una masa fácilmente separable del líquido. Se decanta, se recoge el precipitado sobre un filtro tarado, se lava con acetona, se deseca y se pesa.

5. **Determinación de las resinas.**—De la solución filtrada en la determinación precedente se destila el disolvente, se deseca el residuo, constituído por las resinas, y se pesa.

6. **Ensayos técnicos.**— Según los casos se pueden verificar sobre la gutapercha ensayos técnicos, como se ha indicado ya para

el caucho manufacturado. Los más importantes se refieren a su poder aislante para la electricidad.

* * *

La *Gutapercha* es tanto mejor cuanto más rica sea en guta y más pobre en resinas. Las clases más preciadas (poco comunes en el comercio) contienen menos de 10 por 100 de resinas; las clases buenas contienen 10-20 por 100; pero hay clases bajas mucho más ricas en resinas (en algunos casos hasta 70 por 100). Las clases buenas contienen de ordinario sólo pequeñas cantidades de agua (0,5-2 por 100), de cenizas (0,5 por 100) y de impurezas insolubles (1-5 por 100).

CAPÍTULO XII

PRODUCTOS TÁNICOS

Los productos tánicos de que se requiere el análisis pueden ser: las materias primeras que contienen el tanino, es decir cortezas, maderas, raíces, hojas, frutos, agallas; los extractos, líquidos o sólidos, que se obtienen de las materias primas; los taninos comerciales, más o menos puros.

MATERIAS PRIMAS Y EXTRACTOS TÁNICOS

Entre los *Productos vegetales* especialmente ricos en tanino y empleados en tenería deben citarse: las cortezas de encina (roble, carrasca, alcornoque, etc.), de castaño, de muchas acacias (mimosa), de abedul, de muchas coníferas (abeto rojo, alerce, pino, hemlock), de mangle, de eucalipto; las maderas de encina, castaño, quebracho rojo; las raíces de caña amarga; los frutos de algarrobilla; los mirabolanos, el babla, los dividivi, la valonea; las hojas del zumaque; las agallas y los agallones.

Los *Extractos tánicos* son decocciones acuosas de las mencionadas y otras materias primas, convenientemente concentradas y a veces depuradas.

El análisis de las substancias tánicas antes indicadas puede comprender un *examen cualitativo*, que tenga por fin reconocerlas y distinguir unas de otras; y un *análisis cuantitativo* para determinar las cantidades de los diversos componentes, y especialmente del tanino.

1. Examen cualitativo

Las materias primas, cuando no están pulverizadas, se distinguen ya de ordinario por sus caracteres externos; mas cuando se trata de materias pulverizadas, puede dar a menudo útiles indica-

ciones el *examen microscópico* hecho comparativamente con productos seguramente genuinos (1).

Las mismas materias primas pueden someterse además a un *examen químico*, que por otra parte es el único medio aplicable al reconocimiento de los extractos tánicos, y que se practica sobre una decocción acuosa de la materia prima o sobre una solución convenientemente diluída del extracto.

A continuación se indican brevemente las principales reacciones que sirven para reconocer los diversos productos tánicos y para descubrir sus sofisticaciones.

1. Caracteres y reacciones generales de los extractos tánicos.—Los extractos tánicos son líquidos más o menos densos según la concentración, o bien sólidos, de color pardo con visos ora verdosos ora rojizos, o bien pardo-amarillentos más o menos claros (los depurados o decolorados), de sabor astringente, solubles más o menos completamente en el agua. Sus soluciones acuosas diluídas dan con el cloruro férrico coloraciones pardo-verdosas o azuladas, con cloruro de zinc precipitado amarillo sucio, con sulfuro amónico coloración amarillo-clara y precipitado coposo gris; no forman lacas coloradas con las sales metálicas (alumbre, cloruro estannoso, etc.), y en las pruebas de tintura no comunican a la lana más que tintes pálidos e indefinidos. Estos caracteres, junto con la determinación del contenido en tanino (V. más adelante, Análisis cuantitativo), bastan en general para reconocer los extractos tánicos y para distinguirlos de los colorantes (V. éstos en el Cap. Substancias colorantes). Pero hay que tener presente que también algunos extractos colorantes, (por ejemplo el de quercitrón, el catecú, el gambir) contienen notables cantidades de tanino y pueden servir como materiales tánicos, de donde que la distinción entre los productos de una y otra categoría pueda presentar en ciertos casos algunas dificultades.

2. Reacciones distintivas de los extractos tánicos.—El procedimiento que a continuación se expone para distinguir entre sí las principales materias tánicas es debido a Procter (2) y se basa en el tratamiento de sus soluciones diluídas con algunos reactivos fundamentales, que dan lugar a precipitados o a coloraciones más o menos características. Hay que advertir sin embargo que tales reacciones no siempre permiten identificar con seguridad las diversas materias

---

(1) Con respecto al zumaque, que interesa particularmente a los países meridionales de Europa, para el reconocimiento microscópico, de él y de sus sofisticaciones, véase U. Brizi, *Staz. sper. agrar. italiane*, XXX, 1897, pág. 233. V. también H. Priestman, *Journ. Soc. chem. Industry*, XXIV, 1905, pág. 231; E. Collin, *Journ. de pharm. et chim.*, XXV, 1907, pág. 603.

(2) *Journ. Soc. chem. Industry*, XIII, 1894, pág. 487. Véase también Allen's *Commercial organic analysis*, 4.ª edición, vol. V (Londres 1911), pág. 44; Procter-Parssler, *Leitfaden für gerbereichemische Untersuchungen*, Berlín, 1901, pág. 73; Jacomet, *Matières tannantes et cuirs*, París, 1911, págs. 9 y 180.

tánicas, y en especial dan resultados inseguros en el caso de mezclas de diferentes extractos. De todos modos, para obtener resultados atendibles, es necesario operar siempre en iguales condiciones, y a ser posible por comparación con productos genuinos, ateniéndose exactamente a las siguientes prescripciones:

a) SOLUCIÓN DE LA SUBSTANCIA.—Las reacciones se llevan a cabo sobre una solución acuosa del extracto (o bien sobre una decocción acuosa de la materia prima), filtrada y diluída de modo que contenga unos 0,6 gr de substancia seca en 100 cm^3.

b) REACTIVOS Y MODO DE EMPLEARLOS.

1. *Alumbre férrico.*—Empléase una solución al 1 por 100. A 2-3 cm^3 de la solución tánica, contenidos en un tubo de ensayo, se agrega poco a poco el reactivo, evitando un exceso; se tiene en cuenta la coloración que se produce en seguida.

2. *Agua de bromo.*—Debe estar saturada y se agrega, gota a gota, a 2-3 cm^3 de solución tánica, hasta que tenga marcado olor a bromo; obsérvase si se forma en seguida o poco a poco un precipitado.

3. *Sulfato de cobre y amoníaco.*—A 2-3 cm^3 de solución tánica se agrega un poco de solución de sulfato cúprico al 1 por 100 y luego amoníaco en exceso, y se observa el precipitado que se haya formado.

4. *Ácido nitroso.*—A 2-3 cm^3 de solución tánica se agrega, en una cápsula de porcelana, un exceso de solución recién preparada de nitrito sódico o potásico, o bien algunos cristales de una de estas sales, y luego 3-5 gotas de ácido clorhídrico o sulfúrico decinormal: se observa la coloración producida y sus sucesivas variaciones.

5. *Cloruro estannoso.*—En una cápsula de porcelana se trata 1 cm^3 de solución tánica con 10 cm^3 de una solución concentrada de cloruro estannoso en ácido clorhídrico concentrado, y se observa al cabo de 10 minutos la coloración producida.

6. *Madera de abeto y ácido clorhídrico.*—Mójase una astilla de madera de abeto en la solución en examen, luego se humedece con ácido clorhídrico concentrado, y se observa si se tiñe de rojo o de violeta; la coloración se manifiesta a veces en seguida, a veces al cabo de algunas horas.

7. *Sulfito sódico.*—Mójase un cristal de esta sal, puesto en una cápsula plana de porcelana, con algunas gotas de la solución en examen, y se observa si hay coloración.

8. *Ácido sulfúrico.*—En un tubo de ensayo se vierten algunas gotas de solución tánica, y luego con cuidado aproximadamente 1 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado, de modo que pase al fondo de la solución sin mezclarse con ella: se observa la coloración que aparece en la zona de contacto de los dos líquidos, y a veces la que se obtiene mezclándolos y diluyendo con precaución.

9. *Agua de cal.*—En una cápsula plana de porcelana se agrega a un poco de solución tánica un exceso de agua de cal y se observa el precipitado o la coloración y sus variaciones al cabo de algún tiempo.

c) Reacciones.—Las reacciones dadas por las soluciones de las diversas substancias tánicas con los reactivos mencionados están detalladamente expuestas en las tablas de Procter, de las cuales se ha formado la tabla XXXIX de este tomo, que comprende las materias tánicas más comunes. Las substancias tánicas están en la tabla divididas en tres grupos, a base de su comportamiento con algunos de aquellos reactivos:

El *grupo I* comprende las materias que contienen taninos derivados de la pirocatequina, los cuales dan un precipitado con el agua de bromo y una coloración negra verdosa con el alumbre férrico. Divídese en dos subgrupos, según que el precipitado que dan con el sulfato de cobre se redisuelva en amoníaco (*a*) o no se redisuelva (*b*).

El *grupo II* comprende los taninos de naturaleza mixta o incierta, cuyas soluciones dan con agua de bromo un precipitado y con alumbre férrico una coloración negro-azulada o negro-púrpura. Está dividido en dos subgrupos según la manera de comportarse con el ácido nitroso: en el primero (*a*) no hay reacción, o cuando más pardeamiento; en el segundo (*b*) se obtiene una coloración roja que vira lentamente al púrpura primero y al azul o al verde después.

El *grupo III* comprende las materias que contienen taninos derivados del pirogalol, que no precipitan con el agua de bromo y dan con el alumbre férrico una coloración negro-azulada. También se subdivide en dos subgrupos a base de la acción del ácido nitroso; en uno (*a*) se obtiene la reacción característica citada; en el otro (*b*) no hay reacción, o cuando más pardeamiento.

3. Reconocimiento de la pureza de algunos extractos más comunes.—Para distinguir los extractos de agallas, de zumaque, de madera de encina y de castaño, de corteza de abeto rojo, cuyo reconocimiento es el que puede más particularmente interesar, y para comprobar su pureza, pueden tomarse por base las reacciones de la tabla XXXIX, y en especial las del alumbre férrico, del agua de bromo, del cloruro estannoso, de la madera de abeto y ácido clorhídrico, y del ácido sulfúrico; y además se puede proceder a un ensayo de tintura. A tal fin en una solución diluída de la substancia tánica en examen (5 gr de extracto líquido o 2,5 gr de extracto seco en 250 cm^3 de agua), se sumerge una madejita de *lana blanca* (unos 3 gr) y se calienta por una hora en baño maría hirviente; luego se exprime la lana y se pone en 150 cm^3 de solución al 1 por 100 de *bicromato potásico* calentada a 70°, teniéndola allí por $^1/_4$ de hora; después la lana se lava y se seca. Los extractos de agallas y de zu-

TABLA XXXIX

Reacciones características de las substancias tánicas más comunes

SUBSTANCIAS TÁNICAS	Alumbre férrico	Agua de bromo	Ácido nitroso	Sulfato cúprico y amoníaco	Cloruro estannoso	Madera de abeto y ácido clorhídrico	Sulfito sódico	Ácido sulfúrico	Agua de cal
Grupo I *a*									
Catecú.	Negro verdoso	Precipitado	Pardeamiento	Precipitado soluble en rojo violeta	Ninguna reacción	Rojo violeta subido	Leve enrojecimiento	Coloración rojo-parda	Precipit. rojizo que se forma lentamente
Corteza de alcornoque	Coloración negro-verdosa	Precipitado	Reacción débil	Precipitado soluble en pardo	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Color rojo	Coloración carmesí, dil. rojo claro	Precipitado pardo-rojizo
Corteza de carrasca.	Coloración negro-verdosa	Precipitado	Reacción débil o nula	Precipitado soluble en pardo	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Color rojo	Coloración carmesí, dil. rojo claro	Precipitado pardo-rojizo
Corteza de raíz de encina coccífera	Coloración negro-verdosa	Precipitado	Reacción débil o nula	Precipitado soluble en pardo	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Color rojo	Coloración carmesí, dil. rojo claro	Precipitado pardo-rojizo
Corteza de quercitrón	Coloración negro-verdosa	Precipitado	Reacción débil	Precipitado soluble en pardo	Coloración verde clara	Ninguna reacción	Color dudoso	Coloración carmesí, dil. rojo claro	Precipitado pardo-rojizo
Gambir	Coloración verde obscura	Precipitado	Pardeamiento	Precipitado soluble en verde oliva	Coloración amarilla	Rojo violeta obscuro	Color amarillo	Coloración carmesí, dil. pardo	Ningún precipitado
Corteza de aliorce	Coloración negro-verdosa	Precipitado	Pardeamiento	Precipitado soluble en verde oliva	Coloración rojo-clara	Ninguna reacción	Pardeamiento	Coloración rojo-parda.	Precipitado pardo-herrumbre
Corteza de hemlock	Precipitado verde oliva rojizo	Precipitado	Ninguna reacción; rosa con nitrito sódico	Precipitado soluble en color incierto	Coloración rojo-clara	Ninguna reacción	Color rojo	Coloración carmesí, dil. rojizo.	Precipitado pardo-rojizo
Corteza de abeto rojo	Coloración negro-verdosa o parda	Precipitado	Ninguna reacción	Precipitado soluble en verde oliva	Coloración rojo-clara	Ninguna reacción	Pardeamiento	Coloración rojo-parda	Precipitado pardo-rojizo
Grupo I *b*									
Corteza de mangle	Negro verdoso	Precipitado	Ninguna reacción	Precipitado negro rojizo	Leve enrojecimiento	Ninguna reacción	Leve enrojecimiento	Coloración pardo-rojiza	Precipitado rojo, con exceso pardea
Quebracho	Coloración negro-verdosa	Precipitado	Ninguna reacción	Precipitado abundante	Precipitado rojo claro	Reacción levísima	Reacción dudosa	Coloración carmesí, dil. rojo claro	Precipitado pardo-claro
Corteza de encina amer. (Quercus castanea)	Coloración verde oliva	Precipitado	Reacción distinta	Precipitado	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Color rojo	Coloración carmesí, dil. rojiza	Precipitado pardo-rojizo
Grupo II *a*									
Lentisco	Precipitado negro azulado	Precipitado	Ninguna reacción	Precipitado obscuro	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Color amarillo	Coloración pardo amarilla	Precipitado amarillo luego pardea
Caña amarga . . .	Precipitado negro azulado	Precipitado	Ninguna reacción	Precipitado obscuro abundante	Enturbiamiento	Levísima coloración violeta	Pardeamiento ligero	Pardo-amarillo	Colorac rosa clara precipitado gríseo
Corteza de mimosa.	Precipitado violeta sucio	Precipitado	Ninguna reacción	Precipitado pardo-púrpura abundante	Leve enrojecimiento	Reacción levísima o nula	Color rojo	Coloración carmesí, dil. rojo claro	Precipitado pardo-rojizo o amarillento
Grupo II *b*									
Corteza de roble . .	Negro azulado (con exceso verde)	Precipitado	Reacción débil	Precipitado pardo-obscuro	Ninguna reacción	Reacción débil	Color rojo	Coloración carmesí, dil. rojo claro	Precipitado pardo-rojizo
Grupo III *a*									
Agallas de Aleppo .	Precipitado negro azulado	Ningún precipitado	Reacción del rojo al azul	Precipitado obscuro	Precipitado amarillo claro	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Coloración verdosa a amarillo sucio	Precipit. claro, luego verde azulado
Zumaque.	Precipitado negro azulado	Ningún precipitado	Reaccion débil	Precipitado pardo-obscuro	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Coloración amarilla	Precipitado amarillo, luego verde claro
Mirabolanos . .	Precipitado negro azulado	Ningún precipitado	Reacción del rojo al azul	Precipitado obscuro	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Color amarillo	Coloración amarilla	Precipitado amarillo luego verdoso
Corteza de granadas	Precipitado negro azulado	Ningún precipitado	Reacción del rojo al azul	Precipitado pardo-obscuro	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Coloración pardo anaranjada	Precipit. amar. claro con exceso rojo
Algarrobilla . . .	Precipitado negro azulado	Ningún precipitado	Reacción del rojo al azul	Precipitado obscuro abundante	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Color amarillo obscuro	Coloración amarilla obscura.	Pre. amar. claro luego obscur. ligmente.
Dividivi	Precipitado negro azulado	Ningún precipitado	Reacción del rojo al azul	Precipitado obscuro abundante	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Coloración carmesí	Precipitado amarillo luego rojo púrpura
Valonea	Precipitado negro azulado	Ningún precipitado	Reacción del rojo al azul	Precipitado rojizo obscuro	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Rojo púrpura claro	Coloración amarilla obscura	Precipitado amarillo luego rojo púrpura
Madera de encina y de castaño (1)	Precipitado negro azulado	Ningún precipitado	Reacción del rojo al azul	Precipitado pardo-púrpura	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Color rojo	Coloración pardo-amarilla	Precipitado amarillo luego rojo púrpura
Grupo III *b*									
Ácido galotánico. .	Precipitado negro azulado	Ningún precipitado	Ninguna reacción	Precipitado obscuro	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Ninguna reacción	Coloración amarilla	Precipitado claro, después azul
Bayas de babia . .	Negro azulado	Ningun precipitado	Pardeamiento	Coloración verde-obscura	Ninguna reacción	Violeta claro	Ninguna reacción	Coloración violeta rojiza	Coloración rosa clara

(1) El extracto de madera de castaño se distingue del de madera de encina por la reacción violeta que da con sulfuro amónico.

maque dan tintes pardo-verdosos, más bien claros; los de encina y de castaño dan tintes pardos más puros y más obscuros; el de abeto rojo da un tinte pardo, pero no rojo-obscuro.

4. Rebusca de las sofisticaciones en el zumaque.—Un caso de particular interés para Italia es el reconocimiento de las sofisticaciones del *zumaque*, que se hacen generalmente con los tallos y ramitas de la misma planta, con otras plantas de mucho menos valor, y especialmente con el lentisco y con el brusco. Entre los métodos propuestos para revelar tales fraudes (además del examen microscópico ya señalado cuando se trata de las hojas pulverizadas, y de la determinación cuantitativa del tanino y de las substancias no tánicas, como se verá más adelante) hay que mencionar los siguientes ensayos, que se llevan a cabo sobre la solución o decocción acuosa.

La presencia de *tallos* o *ramitas* se puede reconocer acidulando con ácido acético el extracto acuoso del zumaque sospechoso; en presencia de tales residuos de elaboración, se obtiene una coloración roja más o menos intensa según la proporción en que están contenidos.

La presencia de *lentisco* se reconoce no sólo por el precipitado que da con agua de bromo (V. tabla), sino también porque el infuso acuoso diluído (aproximadamente 2 por 100) da con algunas gotas de formaldehido, en solución neutra, un precipitado coposo amarillo ocráceo claro, que en seguida se vuelve gelatinoso; mientras que con el zumaque puro no se forma precipitado. Además, tratando 0,5 gr de polvo de zumaque sospechoso, puestos en un tubo de ensayo seco, con 5 cm^3 de solución de potasa cáustica (que contenga 20 gr de KOH en 100 cm^3) y calentando a la ebullición, si existía lentisco el líquido se tiñe de negro violáceo, que diluído después de frío se vuelve pardo; mientras en caso contrario resulta un líquido pardusco, que por dilución se vuelve más claro.

La presencia del *brusco* se reconoce tratando la infusión acuosa del zumaque sospechoso con una solución concentrada de cianuro potásico: si hay brusco, se forma un precipitado coposo amarillo sucio que se sedimenta rápidamente, mientras con el zumaque puro no se forma precipitado, o cuando más un ligero enturbiamiento.

5. Reconocimiento del anhídrido sulfuroso.—El anhídrido sulfuroso, que se agrega a veces a los extractos tánicos, ora directamente, o más a menudo en forma de sulfitos, para favorecer su conservación, se puede revelar tratando en un vaso 10 gr de extracto con 20 cm^3 de ácido clorhídrico y 20 cm^3 de agua, agregando un trozo de zinc puro y cubriendo el vaso con un vidrio de reloj, debajo del cual se suspende una tira de papel impregnada de acetato de plomo: si existía anhídrido sulfuroso, el papel toma un tinte pardo

o negruzco con reflejos metálicos; si a los 15 minutos el papel queda blanco, se puede asegurar la ausencia del ácido sulfuroso.

6. Reconocimiento de las substancias extrañas.—Además de la substitución o de la mezcla con otros extractos, se puede encontrar en los extractos tánicos la sofisticación con substancias extrañas, como por ejemplo azúcares (glucosa, melaza), dextrina, extractos de celulosa sulfitados (lignorosina), sales minerales (por ejemplo sulfato sódico).

Los *azúcares* se pueden hallar en la solución tánica tratada con acetato de plomo y luego con sulfato sódico, y si conviene invertida, mediante el licor de Fehling; pero hay que observar que las diversas materias tánicas contienen en general naturalmente cierta cantidad de azúcares reductores, y de aquí que a menudo la adición de glucosa no pueda quedar demostrada por un simple ensayo cualitativo.

La *dextrina* puede hallarse en el líquido tratado con acetato de plomo y con sulfato sódico para buscar los azúcares: si en ausencia de éstos ese líquido es fuertemente dextrógiro, será señal de la presencia de dextrina.

La presencia de *extractos celulósicos sulfitados* se puede reconocer, según Procter y Hirst, tratando 5 cm^3 de solución diluída (como se emplea para el análisis) con 0,5 gr de anilina, y después de agitar, con 2 cm^3 de ácido clorhídrico concentrado: en presencia de los productos citados se forma en seguida un precipitado que poco a poco sube a la superficie. Pero un indicio más seguro de la adición de extractos celulósicos puede tenerse en los resultados de la determinación del tanino con los dos métodos, indirecto y directo (V. más adelante).

Por fin, las *sales minerales* pueden descubrirse mediante las reacciones usuales del análisis cualitativo (por ejemplo con el cloruro de bario si se trata de sulfatos).

2. Análisis cuantitativo

El análisis cuantitativo de los productos tánicos (materias primas y extractos) requiere ante todo una racional toma de la muestra y una apropiada preparación de la misma y de la solución, y comprende principalmente las determinaciones de las substancias solubles totales, de las substancias no curtientes y curtientes, del agua, y de las substancias insolubles (1). Otras determinaciones que a veces

(1) Para estas determinaciones y para las operaciones preliminares antes indicadas, están hoy adoptadas oficialmente en Europa las prescripciones convenidas por la Asociación internacional de los químicos de las industrias del cuero (A. I. C. I. C), en las que está también establecido que los resultados han de representar el promedio de dos análisis distintos y bastante concordantes.

se llevan a cabo sobre las materias tánicas, son las de las cenizas, de los azúcares, del anhídrido sulfuroso; en la práctica industrial se determina a menudo el peso específico y el color de las soluciones.

1. Toma de las muestras de la partida en examen.—Las muestras para el análisis deben ser tomadas de al menos el 5 por 100 de los toneles, sacos, cestos, bloques, etc., que constituyen la partida completa, observando las siguientes normas:

a) EXTRACTOS.—Si se trata de extractos flúidos, se revuelve bien el contenido de cada barril, de modo que se desprenda el poso que pueda haberse adherido a las paredes, antes de sacar la muestra. En el caso de extracto sólidos, deben ser triturados para tomar muestras que representen las diversas partes de la masa. Para el gambir y otros extractos en bloque, la muestra se toma de cada porción mediante un instrumento tubular con el que se perfora la masa en diversos puntos, atravesándola completamente; de modo análogo se procede para los extractos pastosos. En todo caso, las diversas tomas deben ser rápidamente mezcladas entre sí y bien cerradas en un recipiente para preservarlas de la acción del aire y de la evaporación.

b) MATERIAS PRIMAS (cortezas, maderas, etc.).—Para entresacar la muestra se extiende el contenido de los diversos bultos elegidos para la toma sobre una superficie plana, en otros tantos estratos superpuestos, y se van tomando porciones en los diversos puntos de la masa, en sentido perpendicular a la superficie y cuidando de llegar hasta el fondo; o, de no ser posible proceder de tal modo, se toman las porciones de la parte central de cada bulto y se mezclan cuidadosamente entre sí. A veces las muestras así tomadas se muelen antes de enviarlas al químico; pero esto no es recomendable para algunos productos, como los dividivi y la algarrobilla. Si una misma muestra ha de ser examinada por distintos químicos, se toma una muestra en conjunto y después de haberla mezclado bien, se subdivide en diversas porciones.

Las normas expuestas para la toma de las muestras son las adoptadas por la Asociación internacional de los químicos de las industrias del cuero.

2. Preparación de la muestra para el análisis.

a) EXTRACTOS FLÚIDOS. — Los extractos flúidos, inmediatamente antes de ser pesados, deben remezclarse perfectamente en todos sentidos. Los extractos muy densos, que no se pueden remezclar bien, se calientan a 50° y se agitan, y luego se toma una muestra para el análisis, la cual se enfría rápidamente y se pesa; si esa operación ha sido necesaria, debe expresarse en la relación de análi-

---

El método oficial adoptado en Norteamérica por la *Assotiation of official agricultural Chemist of the U. S.* y por la *American Leather Chemists' Association* difiere en algunos detalles del método europeo (ALLEN'S *Commercial organic analysis*, 4.ª ed., vol. V (1911), págs. 76 y sigs.).

sis. En todo caso las pesadas deben hacerse rápidamente para evitar la pérdida de humedad.

b) EXTRACTOS SÓLIDOS Y PASTOSOS.—Los extractos sólidos se pulverizan bastamente y luego se mezclan bien. Los extractos pastosos se mezclan rápidamente en un mortero, y luego se pesa la porción para el análisis lo más rápidamente posible para que no pierdan humedad.

Si los extractos están en parte secos y en parte húmedos, se pesa toda la muestra, se deja secar completamente a la temperatura ordinaria, se pulveriza y se vuelve a pesar, teniendo en cuenta la pérdida de peso que se calculará después como humedad.

En los casos, como el del gambir en que no es posible ni con el mortero ni con otros medios mecánicos, mezclar a fondo toda la muestra, está permitido disolver toda la muestra o una parte notable de ella en una pequeña cantidad de agua, mezclar bien y pesar para el análisis una porción de la solución concentrada.

c) CORTEZAS Y OTROS MATERIALES TÁNICOS SÓLIDOS.—Toda la muestra o no menos de 250 gr se tritura de modo que pase enteramente por un cedazo de 4 hilos por centímetro, o sea de 16 mallas por centímetro cuadrado. Si el material, como algunas cortezas y los dividivi, contiene partes fibrosas, que no se pueden triturar tan finamente, se muele la muestra y se tamiza, y luego se pesan por separado la parte que queda en el cedazo y la que lo ha atravesado, y se toman para el análisis cantidades proporcionales de una y otra porción.

Estas normas para la preparación de las muestras están dadas por la Asociación internacional de los químicos de las industrias del cuero.

3. Preparación de la solución.—La concentración de la solución de la substancia debe ser tal que contenga a ser posible 4 gr de substancias curtientes por litro, y en ningún caso menos de 3,5 gr o más de 4,5 gr (1).

---

(1) Para conseguir la concentración prescrita, cuando no esté indicado el contenido aproximado de la substancia en tanino, hay que proceder a un ensayo preliminar. En general se obtiene aproximadamente aquella concentración pesando, por cada litro de solución, las siguientes cantidades de las diversas materias tánicas (*Journ. Soc. Chem. Industry*, XXIII, 1904, pág. 458):

Extractos sólidos	5-7 gr
» pastosos de densidad superior a 1,20	9 12 »
» flúidos » » a 1,15	12 18 »
» » » inferior a 1,15	18-20 »
Algarrobilla	9 »
Caña amarga	18 »
Dividivi	9 »
Corteza de encina	36 »
Madera de encina	50 »
Corteza de pino	32 »

a) EXTRACTOS FLÚIDOS.—La cantidad necesaria de extracto, pesada en una cápsula cubierta o vaso cubierto, se trata con agua hirviente, pasándola a un matraz tarado de 1 litro; agítase perfectamente y se llena el matraz, hasta casi el enrase, con agua hirviente (para los extractos de zumaque y de mirabolanos es conveniente emplear agua a temperatura más baja). Enfríase rápidamente a la temperatura de 17°,5, acábase de llenar hasta enrase, agítase y procédese a la filtración (V. más adelante en el n. 4).

b) EXTRACTOS SÓLIDOS.—Los extractos sólidos se disuelven, dentro de un vaso, agitándolos con agua hirviente; las porciones que quedan sin disolver se dejan posar y se tratan de nuevo y reiteradamente con más agua hirviente, pasando el líquido a un matraz de 1 litro. Cuando toda la porción soluble ha entrado en disolución, se opera exactamente como se ha dicho para los extractos flúidos.

c) MATERIAS PRIMAS SÓLIDAS.—La cantidad de material necesaria para obtener la solución de la concentración ya indicada, se extrae primero con 500 cm^3 de agua a temperatura no superior a 50° (preferentemente después de haberla dejado macerar por algunas horas con agua en frío); luego se prosigue la extracción con agua hirviente, hasta el volumen de 1 litro (1). La extracción completa debe durar al menos 3 horas; la pequeña cantidad de substancias solubles que a veces podrían quedar en el material se desprecia, o en algún caso se extrae a continuación y se la tiene en cuenta aparte, designándola con el nombre de *substancias difícilmente solubles*.

Las prescripciones expuestas para la preparación de la solución están conformes con las de la Asociación internacional de los químicos de las industrias del cuero.

Corteza de raíz de Q. coccífera (Garouille)	16 gr
Corteza de hemlock	32 »
Madera de castaño	45 »
Agallas y agallones	12 »
Corteza de mimosa	12 »
Corteza de mangle	10 »
Mirabolanos	12 »
Madera de quebracho	22 »
Zumaque	16 »
Valonea	14 »
» escamas (trilla)	10 »
Corteza de sauce	36 »
Materiales usados	50 »

En caso de materiales o líquidos curtientes ya usados, se llega posiblemente a una solución que contenga 3,5-4,5 gr por litro de substancias curtientes, diluyendo la solución o concentrándola en el vacío o en recipientes con acceso limitado del aire; pero en ningún caso la solución deberá contener más de 10 gr de substancias solubles totales por litro.

(1) Para esa extracción prestan utilidad ciertos aparatos extractores, como el de Procter (*Journ. Soc. Chem. Industry*, XI, pág. 331) y de Kock (V. Cueros).

4. Determinación de las substancias solubles totales.—Se procede *evaporando* un volumen conocido de la solución preparada como se ha descrito, después de haberla *filtrado*.

a) *Filtración.*—La filtración de las soluciones tánicas debe siempre practicarse aun cuando parezcan límpidas; procédese a la temperatura de 15-20°, sirviéndose de una bujía Berkefeld, o de un filtro de papel de 17 cm de diámetro, o de otro sistema; pero advirtiendo que mientras la bujía y ciertas clases de papel no absorben substancias de la solución, con tal de que se tenga la precaución de separar los primeros 250-300 cm^3 del filtrado, otras clases de papel y otros medios filtrantes pueden absorberlas en cantidad sensible, y en tal caso es precisa una corrección (V. más adelante). El filtrado (una vez desechada la primera porción) se vuelve a pasar, si es preciso, varias veces por el mismo filtro hasta que quede límpido, lo que se comprueba observando si a través de un estrato líquido de 5 cm de espesor aparece distintamente visible un objeto luminoso, como el filamento de una lámpara eléctrica de incandescencia, y si un estrato de 1 cm de líquido, contenido en un vaso colocado sobre una hoja de papel negro brillante, y mirado desde arriba con buena luz, aparece obscuro pero no opalescente.

La corrección media que puede ser necesaria por la absorción del filtro se determina, para un medio filtrante dado, filtrando según las prescripciones señaladas dos porciones de la misma solución tánica; una a través de un filtro que no dé lugar a absorción y la otra por el filtro cuya corrección se quiere establecer. En los dos filtrados se determinan por evaporación las substancias solubles totales: la diferencia entre los resultados da la corrección. El promedio de 5 de tales determinaciones por lo menos, se tomará como corrección media a aplicar para el filtro dado.

b) *Evaporación.*—En una cápsula de fondo plano, previamente tarada, se evaporan al baño maría hirviente 50 ó 100 cm^3 del filtrado perfectamente límpido obtenido como se dijo antes; el residuo se seca, hasta peso constante, en una estufa de agua hirviente (98°,5-100°), y se deja luego enfriar en desecador sobre cloruro de calcio antes de las pesadas. El resultado obtenido se refiere a 100 partes de la substancia en examen.

El método descrito es el indicado por la Asociación internacional de los químicos de las industrias del cuero.

5. Determinación de las substancias no curtientes.—Para la determinación de estas substancias, se eliminan de la solución las substancias curtientes haciéndolas absorber por el polvo de piel, se filtra y se determina el residuo seco en el filtrado. La *destanización* de las soluciones puede hacerse con uno de los métodos siguientes:

a) MÉTODO POR AGITACIÓN.—1.° *Preparación del polvo de*

piel cromada.—El polvo de piel que debe emplearse a ese fin debe tener aspecto lanoso y no granuloso, y debe estar privado de la cal con ácido clorhídrico; 6,5 gr de polvo seco, en suspensión en el agua, no deben requerir más de 5 cm^3 ni menos de 2,5 cm^3 de álcali decinormal para dar con la fenolftaleína una coloración rosada persistente; si la acidez del polvo de piel no está comprendida entre estos límites, se deberá corregir añadiendo al agua con que se humedece el polvo antes del tratamiento al cromo (véase más adelante), la cantidad calculada necesaria de álcali o ácido valorado, y dejarla en contacto con él por 20 minutos. Además el polvo de piel no debe hincharse por imbibición, hasta el punto de dificultar el reducirlo después exprimiéndolo a un contenido en agua de 70-75 por 100; y debe estar bastante exento de substancias solubles para que lavándolo con agua destilada, 100 cm^3 de agua de loción no dejen por evaporación más de 5 mg de residuo seco.

Sentado esto, se determina en el polvo de piel, secado al aire y conservado en recipiente bien cerrado, la humedad que contiene (que no debe exceder de 14 por 100 en el buen polvo del comercio), y se calcula la cantidad en peso de este polvo secado al aire, que equivale a 6,5 gr de polvo de piel seco; tómase el múltiplo de dicha cantidad correspondiente al número de análisis que se han de practicar y se humedece con unas 10 veces su peso de agua (o algo más si el polvo es muy lanoso). Por otra parte se prepara una solución de cloruro de cromo básico, disolviendo en agua, por cada 100 gr de polvo de piel seco, 2 gr de cloruro crómico cristalizado ($Cr\,Cl_3 . 6\,H_2O$) y agregándole 0,6 gr de carbonato sódico anhidro, o bien 11,25 cm^3 de solución normal de carbonato sódico: si hay que proceder a muchos análisis, se disuelven 100 gr de cloruro crómico en un poco de agua, se agrega poco a poco y agitando una solución de 30 gr de carbonato sódico anhidro y se diluye el volumen hasta 1 litro; de esta solución se necesitan 20 cm^3 por 100 gr de polvo de piel seco, o bien 1,3 cm^3 por 6,5 gr de polvo. Se trata el polvo, humedecido como se ha dicho, con la cantidad necesaria de solución crómica, dejándolo en contacto con ella por una hora, luego se exprime bien a través de un trapo y se lava repetidamente con agua destilada, exprimiéndolo de nuevo cada vez, hasta que agregando a 50 cm^3 de líquido filtrado una gota de solución de cromato potásico al 10 por 100 y 4 gotas de solución decinormal de nitrato de plata, aparezca una coloración roja de ladrillo (precisan, por lo común, 4 ó 5 lavados): en tales condiciones, los 50 cm^3 de filtrado no contienen más de 0,001 gr de Na Cl. Por fin se exprime el polvo de piel cromado así lavado, hasta dejarle un contenido en agua de 70-75 por 100, y se pesa el conjunto.

2.° *Determinación y filtración*.—Se procede en seguida a la destanización de la solución tánica en examen. A tal fin, se pesa una cantidad q del polvo de piel cromado húmedo, que corresponda a

6,5 gr del polvo de piel seco, y se introduce inmediatamente en 100 cm^3 de la solución tánica no filtrada, agregando además 26,5—q cm^3 de agua destilada: con esto, computando el agua contenida en el polvo de piel como agua de dilución, los 100 cm^3 de solución se pueden considerar diluídos hasta 120 cm^3. Ciérrase bien el recipiente y se agita por un cuarto de hora, a mano o con un aparato agitador, pero siempre con al menos 60 rotaciones o sacudidas por minuto. Exprímese sin dilación a través de una tela, se agita con 1 gr de caolín exento de substancias solubles (éste podía haberse agregado antes, junto con el polvo de piel cromado), y se filtra a traves de un filtro de pliegues bastante grande para contener toda la solución, hasta obtener un filtrado perfectamente límpido; una porción de el no debe enturbiarse con una gota de agua que contenga 1 por 100 de gelatina y 10 por 100 de cloruro sodico.

3.° *Evaporación.*—Evapóranse al baño maría 60 cm^3 del filtrado (correspondientes a 50 de solución tánica; o bien se evaporan 50 cm^3, multiplicando luego el resultado por 1,2), y se seca en estufa de agua nirviente el residuo, que representa las substancias no tánicas y se refiere a 100 partes de la substancia en examen.

El método por agitación es el oficialmente adoptado por la Asociación internacional de los químicos de las industrias del cuero, y se sigue generalmente en Europa. El método oficial americano está fundado en los mismos principios, pero difiere algo en los detalles.

b) Método del filtro.—Para practicar este método, debido a Procter, se usa un aparato especial, diseñado en la figura 64. Consta de una campana de vidrio *c* de las dimensiones indicadas en la figura 65 (1). Su cuello está enlazado, mediante un tapón de goma, a un tubo *d*, en sifón, de diámetro interno no superior a 2 mm; el extremo del sifón que penetra en la campana se cierra con un poco de algodón o de lana de vidrio. En la campana se ponen unos 6·7 gr de polvo de piel (2), disponiéndolo de un modo regular, ni demasiado fofo ni demasiado comprimido; la compresión debe ser algo mayor

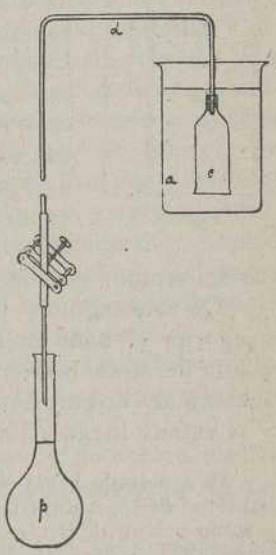


Fig. 64.

(1) La campana puede estar reemplazada por un cilindro de vidrio, o por una botella sin fondo.

(2) Diversas clases de polvo de piel han sido recomendadas para esta determinación; en general, puede servir un polvo que corresponda a los requisitos señalados para el método precedente. Algunos prefieren usar también para este método polvo de piel cromado, que daría resultados más concordantes.

junto a las paredes que en el centro (para esta operación es necesario adquirir un poco de práctica, haciendo algunos ensayos). Una vez preparada la piel, se cubre la boca de la campana con un pedazo de gasa o de muselina bien lavada, que se sostiene mediante un aro de goma elástica.

La campana, enlazada ya con su sifón, se instala dentro de un vaso *a* de unos 200 cm³, de modo que la boca cubierta por la muselina llegue casi a tocar el fondo del vaso; en éste se vierte un poco de solución tánica, y se deja que el polvo de piel se empape en el líquido por capilaridad, lo cual requiere de ordinario casi una hora; luego se llena el vaso con la solución tánica, y se ceba el sifón con el mismo líquido mediante aspiración por el extremo libre. El líquido sale lentamente del sifón, de suerte que para pasar los 100 cm³ transcurren 1 ½ a 2 horas.

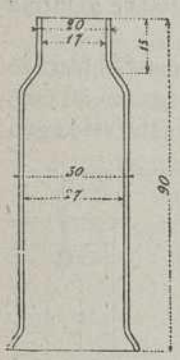


Fig. 65.

Recógese en un vaso la primera porción de líquido que sale, hasta que algunas gotas de él dejen de enturbiarse con una solución límpida de tanino; de ordinario hay que recoger al menos 30 cm³, que constituyen la llamada *Agua de loción de la piel*. Luego se recogen aparte en un matraz *p* otros 60 cm³ aproximadamente; éstos deben ser incoloros o casi incoloros, y algunas gotas de ellos tratadas con solución de gelatina y cloruro de sodio (o bien agregadas al agua de loción de la piel, la cual contiene una pequeña cantidad de substancias gelatinosas y es buen reactivo para reconocer la presencia del tanino), no deben dar enturbiamiento alguno.

De esta segunda porción se toman con una pipeta 50 cm³ y se evaporan al baño maría en cápsula tarada; el residuo se seca en estufa de agua hirviente, hasta peso constante, y representa las substancias no curtientes contenidas en la solución tánica empleada; y se refiere luego a 100 partes de la substancia en examen.

Este método había sido oficialmente adoptado por la Asociación internacional de los químicos de las industrias del cuero, antes de adoptar el método por agitación, es decir hasta 1907; pero hoy todavía se emplea en la práctica, especialmente en las fábricas de extractos.

6. Determinación de las substancias curtientes.—Pueden calcularse indirectamente por diferencia, o determinarse directamente con varios métodos.

a) MÉTODO INDIRECTO.—Las substancias curtientes se calculan fácilmente por diferencia entre las substancias solubles totales y las substancias no curtientes (V. n. 4 y 5).

Este método está prescrito por la Asociación internacional de químicos de las industrias del cuero.

b) MÉTODOS DIRECTOS.—Entre los muchos métodos que se han propuesto a este fin, pero que hoy rara vez se usan, se va a describir aquí solamente el de Löwenthal modificado por Schröder, que es uno de los más conocidos. Está fundado en el poder reductor del tanino para el permanganato potásico, en presencia del índigo que sirve de indicador, pues no se decolora hasta que todo el tanino ha reaccionado con el permanganato. Como los productos tánicos contienen en general substancias no tánicas también dotadas de poder reductor para el permanganato, hay que determinar la cantidad de permanganato consumida por la solución primitiva, y la requerida por la solución destanizada con polvo de piel: la diferencia entre las dos cantidades representa el consumo de permanganato debido a las substancias curtientes.

Reactivos necesarios.—Se necesitan:

1.° Solución de permanganato potásico que contenga 10 gr de permanganato en 6 litros.

2.° Solución de índigo, obtenida disolviendo 30 gr de carmín de índigo sólido (índigosulfonato sódico) en 3 litros de ácido sulfúrico diluído (1 : 5 en volumen), agregando 3 litros de agua, agitando y filtrando. Para cada valoración se toman 20 cm^3 de esta solución y se diluyen con unos tres cuartos de litro de agua; deben reducir normalmente unos 10,7 cm^3 de solución de permanganato, lo que se verifica con una valoración preliminar. A tal fin, a 20 cm^3 de solución de índigo, diluídos del modo antedicho, se agrega, con una bureta el permanganato, primero a razón de 1 cm^3 cada vez, y agitando fuertemente por 5-10 segundos después de cada adición; cuando el líquido se ha vuelto verde claro, se agregan cada vez solamente 2-3 gotas de permanganato y se agita, continuando así con precaución hasta que el líquido haya tomado un color amarillo de oro definido.

Es importantísimo operar siempre en las mismas condiciones, ya para determinar el título del permanganato, ya para determinar el tanino en la substancia en examen.

3.° Polvo de piel; debe ser blanco, lanoso, y no contener substancias solubles en agua fría que reduzcan el permanganato, lo que se comprueba en un ensayo en blanco.

4.° Tanino, del más puro (V. más adelante): se prepara una solución acuesa de 2 gr en un litro. El tanino debe estar seco; en caso de duda es conveniente determinar la humedad por desecación a 100° y pesar luego una cantidad correspondiente a 2 gr de substancia seca.

Determinación del título del permanganato.—A 10 cm^3 de solución de tanino (que contienen 0,02 gr de tanino) se agregan 20 cm^3 de solución de índigo, se diluye y se valora con el permanganato del modo antedicho. Restando del número de centímetros cúbicos empleados el requerido por la solución de índigo,

se tiene la cantidad de permanganato consumida por la solución de tanino.

Pero hay que asegurarse de la bondad del tanino empleado; a tal fin otros 50 cm³ de la misma solución de tanino se ponen en un matraz cerrado con tapón esmerilado, con 3 gr de polvo de piel, y se dejan en contacto por 18-20 horas agitando a menudo, luego se filtra y se toman 10 cm³ del filtrado para valorarlos del mismo modo. Si la cantidad de permanganato empleada en esta segunda valoración (restado el correspondiente al índigo) no excede de 5 por 100 de la consumida en la primera valoración, el tanino es adoptable.

Calcúlase entonces el título del permanganato, es decir, la cantidad en peso de tanino que corresponde a 1 cm³ de la solución de permanganato, dividiendo la cantidad de tanino (0,02) por los centímetros cúbicos consumidos por el tanino en la primera valoración; y se corrige a base de la segunda valoración. Así, si el resultado de esta última es aproximadamente 5 por 100 del de la primera, se multiplicará el título antedicho por 100/95, o con suficiente aproximación, por 1,05.

Determinación del tanino.—La solución de la substancia en examen para esta determinación puede prepararse de modo análogo a los ya indicados (n. 3), pero debe ser algo más diluída, de modo que 10 cm³ de ella reduzcan 4-10 cm³ de permanganato, y filtrada si es preciso (si hay que preparar la solución para esta determinación se pueden tomar, por litro de solución, unos 5 gr de extractos sólidos, 10 gr de extractos líquidos o de materiales ricos como el zumaque, 20 gr de cortezas usuales).

A 10 cm³ de la solución tánica, preparada en las condiciones señaladas, se agregan 20 cm³ de la solución de índigo, se diluye con $^3/_4$ de litro de agua y se valora con el permanganato, según las normas antes expuestas, hasta coloración amarillo de oro definida. A otros 50 cm³ de la misma solución se agregan 3 gr de polvo de piel y se abandona por unas 18 horas, agitando de vez en cuando; luego se filtra y sobre 10 cm³ del filtrado se repite la valoración en las mismas condiciones que antes.

La diferencia entre las dos valoraciones da la cantidad de permanganato correspondiente al tanino absorbido por la piel, contenido en 10 cm³ de la solución examinada, de donde se puede luego fácilmente deducir el tanino por ciento de substancia, conociendo el título del permanganato.

El método de Löwenthal es el dado por los *Met. Uff. dei Lab. del Min. di A. I. e C*; pero sus resultados ni son siempre concordantes ni comparables con los del método indirecto.

Hay que advertir que en el caso de extractos tánicos sofisticados con extractos celulósicos, el método indirecto no da resultados atendibles, porque los extractos celulósicos contienen substancias no tánicas que sin em-

bargo son fijadas por el polvo de piel. En tal caso convendrá determinar el tanino por el método directo, porque dichas substancias no tienen acción sensible sobre el permanganato; y la diferencia entre los resultados de los dos métodos dará un índice aproximado de la importancia de la sofisticación, si ésta se ha verificado en proporciones notables.

7. Determinación del residuo seco total, de la humedad y de las substancias insolubles.—En una cápsula plana, previamente tarada, se pesan exactamente 1-2 gr de substancia, y se desecan en estufa de agua hirviente (a 98°,5-100°) hasta peso constante; déjase enfriar en desecador sobre cloruro de calcio y se pesa el residuo seco.

Para los extractos, se puede también evaporar al baño maría, en la cápsula tarada, un volumen determinado (50 ó 100 cm^3) de la solución turbia homogénea (no filtrada) preparada como se ha indicado en el n. 3, y desecar el residuo como antes se ha dicho.

En todo caso, el *residuo seco* hallado se refiere a 100 partes de la substancia en examen; la diferencia entre este y 100 representa la *humedad*.

Por fin se calculan las *substancias insolubles*, restando las substancias solubles totales del residuo seco total.

Así está prescrito por la Asociación internacional de los químicos de las industrias del cuero.

8. Determinación de las cenizas.—En una cápsula de platino se carbonizan con cuidado sobre una pequeña llama unos 5 gr de substancia, y luego se incineran al rojo-obscuro. A veces es necesario lexiviar con agua caliente el carbón obtenido, incinerar el residuo, agregar la solución acuosa, evaporar y calcinar.

Si las cenizas son abundantes, se pueden someter a un examen cualitativo para descubrir la adición de sales minerales.

9. Determinación de los azúcares.—Se emplea una solución de concentración tal que no contenga más de 1 por 100 de azúcares (en el caso de los extractos, se disuelven de ordinario 6-16 gr en 200 cm^3). A 200 cm^3 de esta solución se agregan 20 cm^3 de acetato básico de plomo, se agita, se abandona por un cuarto de hora y se filtra por filtro seco. Después de haberse asegurado de que el filtrado no precipita por ulterior adición de acetato de plomo, se toman 100 cm^3 y se tratan con 10 cm^3 de solución de sulfato sódico de concentración correspondiente a la del acetato de plomo; se agita, se deja sedimentar y se filtra. Del filtrado se emplean 25 cm^3 para la determinación ponderal de los azúcares reductores (considerados como glucosa) con el líquido de Fehling, o bien se determina la glucosa volumétricamente siguiendo los métodos descritos en el Cap. Azúcares (V. Azúcares, Métodos generales).

Si existe sacarosa (melaza), otra porción de la solución defecada y filtrada se invierte por el conocido procedimiento y se repite luego

la determinación de los azúcares reductores: de la diferencia entre los resultados antes y después de la inversión, expresada en azúcar invertido, se deduce la sacarosa, multiplicando dicha diferencia por 0,95.

10. Determinación del anhídrido sulfuroso.—El anhídrido sulfuroso total (libre y combinado) se determina destilando algunos gramos del extracto en examen, exactamente pesados, después de haberlos diluído con agua y adicionado de un poco de ácido fosfórico. El destilado se recoge en una solución de yodo en yoduro potásico, en la cual se precipita luego el ácido sulfúrico formado, con el cloruro de bario en presencia de ácido clorhídrico. Del peso del sulfato de bario se deduce el anhídrido sulfuroso (1).

11. Determinación del peso específico.—El peso específico de las soluciones tánicas se determina (de ordinario a la temperatura de 15° C) con la balanza de Westphal o con los densímetros, o también, en la práctica industrial, con el areómetro Baumé (2).

12. Determinación del color.—Se lleva a cabo, cuando conviene, con el *Tintómetro de Lovibond* (3), que es un colorímetro mediante el cual se compara el color de un estrato de solución de determinado espesor con el de un conjunto de vidrios de color, con matices e intensidades determinados, los cuales se acoplan convenientemente para obtener el mismo tono y la misma intensidad de color que la solución. El color de ésta se expresa luego en grados convencionales de rojo, amarillo y negro, como resultan del acoplamiento de los vidrios mencionados.

***

El valor de los productos tánicos depende en primer lugar de su contenido en substancias curtientes (tanino); pero su empleo depende también de la cantidad y calidad de las substancias no curtientes que contienen.

El contenido en *tanino* de las diversas materias primas varía notablemente para cada una de ellas según la clase y la procedencia, como puede verse en los ejemplos que figuran en la siguiente tabla, en la cual está indicado también el contenido en substancias solubles no curtientes y en azúcares reductores.

Para el *Zumaque* de Sicilia, la confrontación entre su composición y la de sus principales adulterantes (lentisco, brusco) muestra que debe considerarse como sofisticado un zumaque cuando contenga menos de 22 por 100 (o como mínimo 20) de substancias curtientes y más de 18 (o como máximo 20) de substancias solubles no curtientes.

---

(1) Para más detalles véase también Vinos (pág. 291) y Cerveza (pág. 235).

(2) Para determinadas clases de materias primas, el peso específico o el grado Baumé de las soluciones sirve a veces en la práctica industrial para deducir, con el auxilio de tablas especiales formadas empíricamente, el contenido aproximado en tanino y en substancias solubles totales.

(3) V. Procter-Paessler, *Leitfaden für gerbereichemische Untersuchungen*, Berlín, 1901, pág. 140.

En cuanto a los *Extractos*, su composición varía mucho según el modo de preparación y de depuración y el grado de concentración. En ellos deben tenerse presentes las posibles sofisticaciones, especialmente con glucosa, melaza, extractos celulósicos, sales minerales. La adición de anhídrido sulfuroso o sulfitos hay que admitirla, ya para la clarificación, ya para la conservación de los extractos; la cantidad de anhídrido sulfuroso total puede llegar a 2 por 100 y a veces exceder de este valor.

TABLA XL

Ejemplos de la composición de algunas materias tánicas

MATERIAS TÁNICAS	Tanino %		Substancias no curtientes %		Azúcares reductores %	
	media	límites	media	límites	media	límites
Corteza de encina	10,1	6-16	6,6	5-13	2,7	1,8-3,5
» » carrasca	—	5-11	—	—	—	—
» » alcornoque	11,0	10-15	—	—	—	—
» » raíz de encina						
» coccífera (Garouille)	26,0	24-28	8	—	1,0	0,7-1,5
» de abeto rojo	11,6	7-16	10	6-15	3,5	2,7-4,5
» » alerce	—	6-13	—	—	—	—
» » hemlock	12,3	8-16	—	—	0,7	—
» » mimosa	32,0	21-50	7	2-12	0,9	0,3-1,6
» » mangle	35,0	—	6	3-14	—	—
» verde de nuez	40,0	35-52	7	—	—	—
Madera de encina	—	5-12	—	—	0,5	0,4-0,6
» » castaño	—	5-10	—	—	0,3	0,2-0,4
» » quebracho	22,0	15-26	1,6	—	0,4	0,1-0,7
Caña amarga	30,0	25-35	15	9-18	6,8	—
Algarrobilla	43,0	35-52	20	—	8,2	6,2-10,5
Mirabolanos	30,0	16-46	14	10-18	5,4	3,2-7,1
Dividivi	41,5	25-51	18	15-20	8,4	7,9-8,8
Valonea	29,0	14-38	12	9-14	2,7	1,2-3,6
» (escamas)	44,0	35-55	14	—	2,4	—
Zumaque de Sicilia	26,0	22-31	16	15-18	4,5	4,4-4,6
Lentisco	15,0	12-17	—	20-27	—	—
Brusco	10,0	8-15	—	23-26	—	—
Agallas de Levante	60,0	50-70	—	—	—	—
» » Bassora	29,0	23-36	7	5-9	1,1	0,7-1,5
» » Istria	40,0	—	—	—	—	—
» italianas	—	10-20	—	—	—	—
» chinas y japonesas	—	50-77	—	—	—	—
Agallones	30,0	21-38	6	5-7	0,6	0,5-0,7

TANINO

Los taninos del comercio son más o menos puros según el modo de preparación; los más puros son los llamados al éter y al alcohol, y los menos puros son los al agua. Las impurezas más comunes en

estos taninos consisten en substancias insolubles, substancias minerales, substancias resinosas, azúcares reductores, clorofila, ácido gálico; las substancias extrañas que se les agregan son dextrina, almidón, sulfato de magnesio.

El análisis del tanino, por lo que respecta a la determinación de las substancias solubles, insolubles y curtientes, se lleva a cabo según los métodos ya descritos para los productos tánicos en general. Además comprende los siguientes ensayos y determinaciones.

1. **Solubilidad.**—Se disuelve 1 gr del tanino en examen en 5 cm^3 de agua y se observa si la solución es límpida y si está más o menos teñida; se agregan 5 cm^3 de alcohol de 90° y se observa si la solución se mantiene límpida; en tal caso se agregan otros 2,5 cm^3 de éter y se observa si se produce enturbiamiento.

Por otra parte se disuelve 1 gr. de tanino en 5 cm^3 de alcohol y se observa si la solución es límpida, y si se mantiene siéndolo al adicionarle un volumen igual de éter.

2. **Determinación de la humedad.**—5 gr de tanino se desecan en estufa a 100° hasta que no pierdan más peso.

3. **Determinación de las cenizas.**—El residuo seco obtenido en la determinación del agua se incinera con cuidado y se pesan las cenizas. Luego se prueba si éstas son solubles en alcohol de 90°.

Si las cenizas son abundantes, se practica su análisis cualitativo, buscando especialmente el ácido sulfúrico y la magnesia, cuya presencia en notable cantidad demuestra una sofisticación con sulfato de magnesio.

4. **Investigación de los azúcares reductores.**—Disuélvese el tanino en el agua; se clarifica la solución con acetato de plomo; se filtra y en el líquido filtrado se buscan, y si conviene se determinan, los azucares reductores con el líquido de Fehling.

5. **Reconocimiento de la clorofila.**—Agítase el tanino con volúmenes iguales de agua y éter: si contiene clorofila, el éter se tiñe de color verdoso.

6. **Reconocimiento del ácido gálico.**—La solución acuosa del tanino en examen se trata con una solución de cianuro potásico: si existe ácido gálico, aparece coloración roja (o apenas rosa muy fugaz si la cantidad de ácido gálico es muy pequeña), que desaparece por el reposo y reaparece por agitación.

7. **Reconocimiento de la dextrina y del almidón.**—Agítase bien el tanino con alcohol de unos 80°, se filtra y se lava el residuo con alcohol de la misma concentración; el residuo se trata con agua. Si se trata de dextrina, es soluble en el agua y la solución se tiñe de rojo con la tintura de yodo y tiene un fuerte poder rotatorio dextrógiro. Si se trata de almidón, no se disuelve en el agua, se tiñe de azul con el yodo, y se puede identificar con el examen microscópico.

***

Los *Taninos mas puros*, como los *al alcohol* y *al éter* son completamente solubles en el alcohol y en el agua, dan soluciones de muy tenue color; su solución acuosa no se enturbia por adición de alcohol y luego de éter, y tampoco la alcohólica por adición de éter (véase n. 1). Quemados dejan muy pocas cenizas (menos de 0,5 por 100) y éstas son solubles en alcohol de 90°. Contienen 95-100 por 100 de ácido tanico.

Los *Taninos al agua* dan en cambio con el agua soluciones más o menos teñidas, y con el alcohol soluciones más o menos turbias; dejan cierta cantidad de cenizas (1,5 por 100 y más) y éstas, son casi insolubles en alcohol de 90°. Su contenido en ácido tánico rara vez excede de 92 por 100 y a veces es notablemente inferior.

Además los taninos no deben estar sofisticados con azúcares, dextrinas, almidones y sales minerales.

CAPÍTULO XIII

TINTAS

Las tintas negras para escribir, de las cuales se preparan diversos tipos, se pueden clasificar a base de su composición del siguiente modo:

a) *Tintas a base de ácidos tánico y gálico y de hierro.* — Estas tintas (a base de agallas y productos semejantes) son las más antiguas, y contienen las combinaciones del hierro (bastante raramente del vanadio) con los ácidos tánico y gálico, a las cuales deben el color negro, en suspensión en el líquido por medio de densificantes, como gomas, dextrinas, azúcares.

b) *Tintas de alizarina, de antraceno, etc.,* que no contienen nada de estas substancias derivadas del alquitrán, sino que están también preparadas a base de tanatos y galatos de hierro, pero mantenidos en disolución por medio de ácidos, especialmente en el caso de los galatos. Son más flúidas que las anteriores y dan escritos que recién trazados sólo están ligeramente colorados, pero se vuelven obscuros por exposición al aire; para obviar este inconveniente contienen generalmente una substancia colorante, como carmín de índigo u otro color orgánico.

c) *Tintas a base de campeche y de una sal de cromo* (alumbre, cloruro, oxalato), *de hierro o de cobre;* no contienen en general densificantes y dan escritos que al principio son rojizos o violetas, pero se van volviendo negros por desecación y exposición al aire.

d) *Tintas de anilina,* que son soluciones acuosas de algún color de alquitrán (nigrosina, indulina, negros diamina, etc.) con la adición de algún densificante.

Usanse además muchas tintas mixtas, bastantes comunes, de agallas y de campeche, tintas a base de negro de humo, de substancias húmicas, etc. En las tintas de copiar se agrega además glicerina, glucosa, cloruro de calcio, para que el escrito no se seque con demasiada rapidez. En algunas tintas, llamadas de seguridad, se

agrega goma laca o colofonia, mantenidas en disolución mediante el bórax o el carbonato sódico, o se agrega caseína o silicato de sosa (en tales tintas, el color se da en general mediante el negro de humo).

Para orientarse sobre la naturaleza de una tinta, se procede ante todo a algunos ensayos cualitativos (n. 1). Para determinar luego el valor, con respecto al uso a que se destina, se verifican las determinaciones cuantitativas de los más importantes componentes (n. 2) y algunas pruebas prácticas (n. 3).

1. Ensayos cualitativos

1. **Examen del extracto y de las cenizas.**—Evapórase al baño maría cierta cantidad de tinta, en una cápsula de porcelana, y se observa el aspecto del extracto y su color. Una porción se puede reservar para ulteriores investigaciones; otra porción se calcina para obtener las cenizas.

Durante la calcinación se observa el olor de los vapores que se desprenden, que puede ser de azúcar quemado, de resinas, de acroleína, de colores orgánicos artificiales, de extractos vegetales, según que la tinta contenga azúcares, resinas, substancias grasas, colores del alquitrán, campeche.

Las cenizas obtenidas se someten luego a un análisis cualitativo con los métodos comunes, buscando especialmente: hierro, cobre, cromo, alúmina, cal, magnesia, vanadio, álcalis. El hierro se halla en abundancia en las cenizas de las tintas de agallas; el cobre se halla, de ordinario en exigua cantidad, en las tintas al galato o al tanato de hierro o al campeche; el cromo puede hallarse en la ceniza en estado de óxido o de cromato alcalino en las tintas de campeche (en este último caso las cenizas son amarillentas y lexiviadas con un poco de agua dan una solución amarilla). La alúmina, la cal, la magnesia pueden provenir de los materiales empleados para la preparación de la tinta; la cal puede también ser debida a la presencia del cloruro de calcio (en las tintas de copiar); la magnesia proviene especialmente de la goma (goma arábiga o del Senegal). Los álcalis, especialmente la potasa, hállanse en las cenizas de las tintas preparadas con alumbre de cromo. El vanadio se busca especialmente cuando las cenizas están en pequeña cantidad, no contienen hierro, y la tinta, por los otros ensayos, resulta ser de agallas. Se revela fundiendo las cenizas con nitrato potásico, tratando con un poco de agua, y agregando luego agua oxigenada, la cual produce una coloración roja en presencia del vanadio.

2. **Investigación de cloruros, sulfatos, oxalatos.**—Dilúyese con agua una pequeña cantidad de tinta, de modo que resulte un líquido límpido, de color poco intenso.

BIBLIOTECA PÚBLICA PIAMONTE

Una parte se acidula con ácido nítrico diluído y se ensaya con nitrato de plata para reconocer los cloruros.

Otra porción se acidula con ácido clorhídrico diluído y se trata con cloruro de bario, para revelar los sulfatos. Se agrega cloruro de bario hasta que deja de formarse precipitado; luego se filtra; el líquido filtrado se neutraliza con sosa o potasa, se filtra nuevamente y al líquido se agrega ácido acético y cloruro de calcio: si se forma un precipitado blanco, éste se separa y se comprueba, por los métodos usuales, que realmente se trata de oxalato de calcio.

Cloruros o sulfatos se encuentran en las tintas de agallas y de campeche, preparadas con sulfatos o cloruros de hierro o de cromo, y en las tintas de copiar que contienen cloruro de calcio. Los oxalatos se encuentran especialmente en las tintas preparadas con oxalato de cromo.

3. **Reconocimiento del ácido acético, de los acetatos y del amoníaco.**—Si una tinta contiene ácido acético libre se siente por el olor, especialmente hirviendo un poco de la tinta en un tubo de ensayo.

Para reconocer los acetatos, que se hallan especialmente en las tintas de campeche a base de acetato de cromo, se destila en corriente de vapor cierta cantidad de tinta acidulada con ácido sulfúrico diluído, y en el destilado se busca el ácido acético.

Para descubrir el amoníaco, que se agrega a veces para neutralizar una excesiva acidez, se alcaliniza con potasa una porción de tinta, se hierve, y se observa si despide olor amoniacal.

4. **Acción del ácido sulfúrico.**—Este ensayo sirve para orientarse acerca de la naturaleza de la substancia colorante de la tinta, y se lleva a cabo del siguiente modo. Dilúyese una pequeña cantidad de tinta con agua de modo que la solución no sea opaca, se agrega ácido sulfúrico diluído y se observan las variaciones de tinte:

El líquido se decolora, o toma un tinte amarillento, que a veces tarda en producirse tinta formada solamente de agallas y hierro.

El líquido, ya azulado, toma un tinte azul definido: presencia de índigo.

El líquido toma tinte rojo: presencia, bastante probable, de campeche.

El líquido no cambia, o bien vira al verde o a otro tinte, o se forma un precipitado: trátase probablemente de tintas con colores orgánicos artificiales o de naturaleza varia.

5. **Reconocimiento del campeche.**—La presencia del campeche se deduce de la coloración roja que toma la tinta tratada con los ácidos, como se ha dicho en el número anterior. Para confirmarla, se trata una porción del extracto (n. 1) con alcohol ligeramente acidulado con ácido clorhídrico diluído, se calienta y se filtra; en el líquido se ensayan las siguientes reacciones características del campeche.

Agrégase potasa en exceso: la solución roja se vuelve azul intensa, y al cabo de algunas horas pardusca.

Neutralízase exactamente con potasa, se evapora para eliminar el alcohol, y se trata con agua. La solución acuosa, con alumbre se tiñe lentamente en rojo y luego en violeta; con sulfato de cobre y acetato sódico se tiñe de azul intenso; con acetato de plomo da un precipitado intensamente azul.

6. Reconocimiento del ácido tánico y del ácido gálico.—Puede procederse a un reconocimiento preliminar de estos ácidos, diluyendo con agua la tinta, acidulando ligeramente con ácido sulfúrico diluído y extrayendo con éter acético. El líquido etéreo se hace evaporar, el residuo se disuelve en agua, y sobre la solución se verifican los siguientes ensayos:

Con solución de gelatina recién preparada el ácido tánico precipita, y el ácido gálico no; con solución amoniacal de sulfato de cobre el ácido tánico precipita y el ácido gálico no; con solución de cianuro de potasio el ácido tánico no se altera y el ácido gálico da coloración roja.

Cuando convenga descubrir los dos ácidos, uno en presencia del otro, aunque esto sea muy raramente requerido, especialmente para las tintas al tanino, las cuales ya se sabe que siempre contienen algo de ácido gálico, se puede recurrir al siguiente procedimiento:

Dilúyense 2-3 cm^3 de tinta con 5-6 volúmenes de agua y se tratan con un exceso de solución de acetato sódico al 20 por 100; con esto precipita el tanato de hierro, mientras el galato queda disuelto. Al cabo de algún tiempo se filtra, y se lava el precipitado en el filtro, con la misma solución de acetato sódico, hasta que el líquido pasa decolorado.

El precipitado (tanato de hierro) se disuelve en ácido sulfúrico diluído y la solución así obtenida se extrae con éter acético; el líquido etéreo se separa del acuoso y se evapora a sequedad; el residuo (ácido tánico) se disuelve en agua y se identifica con solución diluída de sulfato o alumbre férrico (coloración negro azulada). Si la tinta contenía campeche, parte de este pasa con el tanino; en tal caso, para la identificación del tanino en la solución acuosa del extracto etéreo, se agrega una solución de sulfato de cobre amoniacal marcadamente alcalina, que dará un precipitado en presencia del tanino.

La solución en acetato sódico, que contiene el galato de hierro, se acidula con ácido sulfúrico diluido y se extrae con éter ordinario; el líquido etéreo se separa y se evapora a sequedad; el residuo (ácido gálico) se disuelve en agua. Si esta solución contiene realmente ácido gálico debe dar: coloración azul intensa con el sulfato férrico; coloración roja, que desaparece con el reposo y reaparece al agitar, con el cianuro potásico; precipitado blanco con el tártaro emético; ningún precipitado con la gelatina. Si la tinta contiene campeche,

parte de éste pasa junto con el ácido gálico; en tal caso, para la identificación de este último, hay que tratar la solución acuosa del extracto etéreo con aluminato sódico (obtenido disolviendo en la sosa cáustica un fuerte exceso de hidrato de alúmina) para eliminar el campeche.

7. Rebusca del carmín de índigo y de los colores orgánicos artificiales.—Dilúyese con agua una pequeña cantidad de tinta y se divide en dos porciones: acidúlase una de ellas con algunas gotas de ácido clorhídrico y la otra se alcaliniza con un poco de amoníaco; en una y otra se sumerge un hilo de lana y se calienta, no muy fuertemente, por un cuarto de hora aproximadamente. Luego se extrae la lana de los líquidos y se lava bien con agua caliente.

Si la lana ha quedado intensamente teñida, es muy probable la presencia de colores orgánicos artificiales o de carmín de índigo. En tal caso se repite la operación, empleando baño ácido o alcalino según que la lana haya quedado más teñida en el líquido ácido o en el alcalino, y luego se extrae de la lana la materia colorante y se identifica por los métodos expuestos en Colores orgánicos artificiales (Cap. XV, Substancias colorantes).

El carmín de índigo se fija sobre la lana en baño ácido y luego puede separarse de la lana hirviéndola con carbonato sódico diluído; la solución así obtenida da las siguientes reacciones: con ácido sulfúrico coloración azul; con potasa se decolora un poco; con cloruro estannoso se decolora en caliente (la coloración reaparece al agregar cloruro férrico); con ácido nítrico o agua de cloro se decolora (la coloración no reaparece por medio alguno).

8. Rebusca de la dextrina y de los azúcares.—Dilúyese algo la tinta con agua y se trata con acetato básico de plomo para eliminar la goma que pudiera existir. Fíltrase, precipítase con hidrógeno sulfurado el exceso de plomo, y se agrega mucho alcohol; si existe dextrina, ésta precipita en copos blanquecinos, que se dejan sedimentar y se disuelven en agua. La solución observada al polarímetro tendrá fuerte poder rotatorio dextrógiro si se trata de dextrina y con tintura de yodo se teñirá en rojizo.

Los azúcares se buscan en la solución de la cual se ha eliminado la dextrina, con el líquido de Fehling, antes y después de la inversión con ácido clorhídrico.

9. Reconocimiento de la goma.—Acidúlase fuertemente la tinta con ácido clorhídrico y se diluye con 2-3 volúmenes de alcohol; al cabo de 1-2 horas se recoge el precipitado formado, que de haber quedado excluída la presencia de dextrinas y azúcares por el ensayo precedente, estará constituído por la goma. Esta se caracteriza por el poder rotatorio y por la reacción de las pentosanas, del siguiente modo: Disuélvese el precipitado en ácido clorhídrico concentrado (D = 1,19) y se divide la solución en dos partes: a la una se agrega un poco de floroglucina y se hace hervir, y aparecerá

una coloración rojo violácea en el caso de existir goma; la otra se calienta un poco, y después de dejarla enfriar se agregan algunas gotas de anilina pura: en presencia de goma aparecerá una coloración carmesí (furfurol).

10. Descubrimiento de la glicerina. — Evapórase la tinta hasta consistencia de extracto blando; el extracto se trata con alcohol de 96° y se filtra; el líquido alcohólico se evapora y en el residuo se busca la glicerina del siguiente modo: Caliéntanse algunas gotas en un tubo de ensayo con un cristalito de bisulfato potásico. Si se trata de glicerina se desprenden humos con el olor irritante de la acroleína y que dejándolos llegar al contacto de una varilla de vidrio humedecida con una solución de un cristalito de nitroprusiato sódico en 2-3 cm^3 de agua y 2 gotas de piperidina, tiñen de azul intenso la gota formada en la extremidad de la varilla (hay que poner cuidado en eliminar del todo el alcohol que pudiera existir).

11. Reconocimiento de los diversos antisépticos. — A veces se agrega a las tintas, para que no fermenten o no se enmohezcan, algún compuesto de arsénico o de mercurio, ácido fénico, ácido salicílico, timol.

Los compuestos arsenicales o de mercurio se reconocen destruyendo primero la substancia orgánica de la tinta según Rothe, es decir, evaporando $^1/_4$ de litro, agregando al extracto 1-2 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado y 5-10 cm^3 de ácido nítrico fumante, calentando hasta eliminación de los vapores nitrosos, y repitiendo la adición del ácido nítrico hasta obtener un líquido residuo perfectamente incoloro. Expúlsase luego el ácido sulfúricó, y en el residuo se buscan el arsénico y el mercurio por los procedimientos analíticos ordinarios.

Los antisépticos orgánicos (ácido fénico y salicílico) se descubren evaporando la tinta, mezclando el residuo con arena y extrayendo con éter. La solución etérea se evapora, y sobre una parte del residuo se busca el ácido fénico, ya reconocible por el olor característico, precipitándolo con agua de bromo en forma de tribromofenol. La otra porción se disuelve en agua, la solución se agita con una mezcla de 1 parte de éter y 1 parte de éter de petróleo, el líquido etéreo se evapora hasta unos pocos centímetros cúbicos, y se le agregan, estando todavía caliente, algunas gotas de cloruro férrico diluidísimo, se agita y se vierte sobre un filtro humedecido La solución acuosa que pasa por el filtro está teñida de violeta cuando existe ácido salicílico.

2. Análisis cuantitativo

El análisis cuantitativo se aplica casi exclusivamente a las tintas al tanino y al ácido gálico, pues únicamente para éstas hay esta-

blecidos los límites de algunos componentes. Comprende principalmente las siguientes determinaciones:

1. **Determinación del extracto.** — En cápsula de platino se evaporan hasta sequedad al baño maría 10 cm^3 de tinta; el residuo se tiene por 1 hora en estufa a 100° y se pesa.

Esta determinación y la siguiente pueden servir para la identificación de una tinta cuando se disponga de un tipo de confrontación.

2. **Determinación de las cenizas.**—Quémase el extracto obtenido en el número anterior y se calcina el residuo, con algún cristal de nitrato amónico si el carbón no se acaba de quemar.

3. **Determinación de la acidez.** — Si se trata de tintas de agallas o de tintas mixtas que contengan sales de hierro, hay que eliminar el hierro antes de determinar la acidez. A tal fin 5-10 cm^3 de tinta se ponen en un matraz de 100-200 cm^3, se diluyen un poco y se tratan con solución perfectamente neutra de prusiato amarillo hasta que no se forma más precipitado; complétase el volumen con agua, se agita, se deja en reposo; luego, por medio de una pipeta, se toma una parte alícuota del líquido límpido, y en ella se determina la acidez valorando con solución normal de potasa (indicador fenolftaleína).

Si la tinta es de campeche y sales de cromo, sin tanino ni hierro, la acidez se puede determinar directamente sobre la tinta (convenientemente diluída) sin adición de indicador, agregando potasa normal hasta que el líquido pasa del violáceo al azul (con algún ensayo preliminar se llega a apreciar exactamente ese cambio de tinte).

La acidez de una tinta se expresa en centímetros cúbicos de KOH normal por 100 cm^3 de tinta.

La determinación de la acidez no puede servir de base de un criterio acerca del poder corrosivo que la tinta puede ejercer sobre las plumas, porque en esta acción influye sobre todo la naturaleza del ácido, y el que éste sea mineral u orgánico fijo o volátil, etc.

Para tener un criterio a este respecto, mejor es hacer una prueba práctica, mojando la pluma en la tinta por tres veces al día y por un número de días determinado (por ejemplo 10 días), dejándola secar espontáneamente y observando al fin el estado de la pluma.

4. **Determinación del hierro.** — Empléase uno de los siguientes métodos:

a) 10-20 cm^3 de tinta se evaporan, y el residuo se incinera. Las cenizas se disuelven en ácido clorhídrico, y de la solución se precipita el hierro con amoníaco; se filtra, se lava el precipitado, se calcina y se pesa el óxido férrico. Si existe alúmina se procede a la determinación volumétrica del hierro con el permanganato en el precipitado en cuestión.

b) Se agregan, a 10 cm³ de la tinta, 20 gr. de persulfato de amonio, y amoníaco, se calienta al baño maría, se agregan 5 gr de acetato de sodio y se hace hervir. El hidrato férrico que se separa se recoge en un filtro, se lava, se calcina y se pesa, o bien se disuelve en ácido clorhídrico, y en la solución se determina el hierro volumétricamente con el permanganato.

5. Determinación de los ácidos tánico y gálico.—Estos dos ácidos se determinan conjuntamente, según Rothe y Hinrichsen (1), del siguiente modo: Introdúcense 10 cm³ de tinta en un separador de llave y se agregan 10 cm³ de ácido clorhídrico concentrado. Se agita y se extrae 4 veces con 50 cm³ de éter acético (2). Los líquidos etéreos separados del líquido acuoso se reúnen en otro embudo de llave y se agitan dos o tres veces (10 cm³ cada vez) con una solución semisaturada de cloruro potásico para eliminar las sales de hierro que pudieran existir. El líquido etéreo se evapora en el vacío, el residuo se trata con un poco de agua, se pasa a una cápsula tarada, se evapora, se pone en estufa a 105° y se pesa. Así se obtiene el peso total de los ácidos tánico y gálico (anhidro) existentes en 10 cm³ de tinta.

Para asegurarse de que realmente se trata de estos dos ácidos, se toma una parte alícuota del residuo (aproximadamente 0,1 gr), se adiciona con 2 gr de bicarbonato sódico y 25-50 cm³ de una solución de yodo en yoduro potásico (que contenga unos 50 gr de yodo por litro y del cual se conozca el título con respecto al hiposulfito), se introduce todo en un bocal con tapón esmerilado y se abandona por 12 horas. Después se valora con el hiposulfito en presencia de engrudo de almidón el exceso de yodo y se calcula el absorbido por los ácidos. 0,1 gr de ácido gálico y tánico de las agallas absorben de 0,6 a 0,7 gr de yodo.

3. Pruebas prácticas

1. Pruebas de conservabilidad.—Pónese cierta cantidad de tinta en un vaso de vidrio (de unos 18-20 cm de altura y 7 cm de diámetro), se cubre con papel de filtro y se observa si al cabo de cierto tiempo (un mes o más) se han desarrollado mohos. Viértense en otro vaso unos 25 cm³ de tinta previamente filtrada y se abandona por un número de días establecido, pasados los cuales se observa si se ha formado poso o si se forma al añadir líquido al residuo del vaso hasta el volumen primitivo.

---

(1) HINRICHSEN: *Mitt. aus dem Kgl. Materialprüfungsamt*, 24, 1906.

(2) A este fin, cuando deben hacerse muchas determinaciones seguidas, se puede facilitar la extracción usando el aparato de Rothe descrito en la memoria citada y que está constituído por un doble separador de llave.

Obsérvase también si las botellas de tinta contienen mohos o posos.

2. Pruebas de escritura.—Empleando una plumilla nueva, perfectamente desengrasada, se trazan rayas gruesas y delgadas sobre un buen papel, nada absorbente, pero tampoco demasiado encolado. Obsérvase si la tinta fluye bien de la pluma, si no es demasiado densa, si no se desprende en gotas; atiéndese luego a la escritura: si se presenta uniforme, si se esparce por el papel; si lo atraviesa; si presenta, al cabo de algún tiempo, una especie de aureola u orla de otro color. También se observa el tiempo que requiere para secarse completamente, y respecto a su color, si es desde luego negro, o si se vuelve tal solamente al cabo de algún tiempo de exposición al aire. Después de la desecación completa se observa si resiste los lavados con agua y con alcohol de 85°.

Las pruebas de escritura también se hacen extendiendo una buena hoja de papel en una especie de bastidor o marco que lo mantenga perfectamente tenso. Dispónese la hoja con una inclinación de 45°, y por medio de una pipeta de pequeñísimo orificio, se deja caer en la hoja determinada cantidad de tinta, de modo que forme sobre el papel un trazo; al cabo de tres días se observa si el trazo está seco, qué color presenta y cómo resiste la acción del aire, de la luz y de los diversos reactivos.

Los ensayos indicados, especialmente el último, cuando se trata de examinar una tinta de agallas, se realizan mejor en confrontación con una *tinta tipo*. Puédese por ejemplo usar la tinta tipo indicada como bastante resistente y aceptada como normal en algunos Estados para los documentos.

Para preparar esta tinta se disuelven 23,4 gr de tanino puro y 7,7 gr de ácido gálico en unos 500 cm^3 de agua tibia, y luego se agregan 30 gr de sulfato ferroso, 10 gr de goma arábiga, 2,5 gr de ácido clorhídrico (1) disueltos separadamente en agua; dilúyese el conjunto con agua hasta 1000 cm^3, se agita bien, de deja sedimentar por 4 días en sitio fresco (10-15°) (si los materiales empleados eran puros no se forma poso sensible).

***

Entre todas las *Tintas*, son las mejores y más resistentes a la acción de la luz y de los agentes atmosféricos las preparadas a base de ácido tánico y gálico; tienen menos resistencia las de campeche y hierro y no tienen ninguna las de colores de anilina.

Las *Tintas para documentos* que deben ser conservados durante mucho tiempo han de ser exclusivamente a base de ácidos tánico y gálico

---

(1) Débese pesar o medir una cantidad de ácido clorhídrico diluído, de concentración conocida, que corresponda a 2,5 gr de H Cl.

con adición de una cantidad precisa de densificante; deben ser flúidas, no turbias, contener no menos de 4 gr y no más de 6 gr de hierro por litro y 25 gr de ácidos tánico y gálico conjuntamente por litro; está admitido para estas tintas el uso de carmín de índigo o de otras substancias colorantes para realzar el tono del escrito en los primeros instantes en que se ha trazado. En las pruebas de conservabilidad, no han de formar poso hasta los 15 días, ni desarrollar moho hasta los 40; deben dar un escrito bien nítido y que al cabo de algún tiempo (no más de tres días) quede perfectamente negro, seco y resista sin alterarse sensiblemente los lavados con agua y alcohol. Su acidez debe ser la precisa, de modo que no altere las plumas en las pruebas alternadas durante 10 días al menos.

CAPÍTULO XIV

CUERO

Se da el nombre de cuero, en sentido general, al producto obtenido mediante tratamiento de la piel de los animales con especiales procedimientos (curtimbre) para volverla conservable y comunicarle especiales propiedades (elasticidad, flexibilidad, etc.).

Los cueros se distinguen no sólo por el animal de que provienen las pieles, sino también por su consistencia y sus usos, en *Cueros fuertes* o verdaderos cueros (de suela, de correas) y *Cueros blandos* llamados comúnmente *Pieles* (de palas de calzado, de sillería y guarnicionería y para otros diversos usos). Distínguense además, según el sistema de curtido empleado, en *Cuero al tanino*, *al cromo*, *al alumbre*, *al aceite*. Por fin, según los tratamientos usados después del curtido, se tienen los cueros engrasados, teñidos, barnizados.

El examen completo y sistemático del cuero, que comprende ensayos físicos y mecánicos (1) y un análisis químico, se hace principalmente para los cueros curtidos al tanino o al cromo. En las siguientes páginas se han expuesto los métodos que deben usarse para tal examen, anteponiendo las normas que hay que seguir para la toma de las muestras.

Toma de las muestras.—Si se trata de pieles enteras, se toman en cierto número (por lo menos 5 por 100 de la totalidad, de las cuales luego, si son muy numerosas, se separa un número más limitado), y de cada una de ellas se cortan pedazos en las diversas regiones, en proporción, dentro de lo posible, a la extensión de las mismas (2); si esto no se puede hacer, se toma la muestra de la región del cuello, la cual en su composición y en sus caracteres se aproxima más que las otras al promedio de la piel entera.

---

(1) Para estos ensayos véase también Boulanger: *Essais du cuir* (Mémoires publiés par la Soc. d'encouragement p. l'ind. nation., París, 1907).

(2) Las diversas estipulaciones prescriben, en cada caso, las proporciones que deben adoptarse en esta operación.

Cuando la muestra hay que tomarla de objetos elaborados (por ejemplo, zapatos), hay que partir también de cierto número de objetos, y tomar de cada uno muestras en las diversas partes en cantidades oportunamente elegidas, que deben ser en cada caso establecidas con arreglo a la clase de objetos de que se trate.

Una parte de la muestra (unos 100 gr), que se empleará en el análisis químico (V. más adelante), se reduce a pequeños fragmentos, y luego mediante una muela especial se convierte en polvo lanoso; o cuando esto no sea posible, como ocurre con los cueros engrasados) se corta con un cuchillo en fragmentos muy pequeños. La muestra así preparada se conserva en recipientes bien cerrados.

CUEROS AL TANINO

1. Pruebas físicas y mecánicas

Estas pruebas comprenden, además del examen de los caracteres externos, la determinación del peso específico, las pruebas de resistencia, de permeabilidad, y a veces un examen microscópico.

1. Caracteres externos.—Examínase ante todo el aspecto de la superficie del cuero por ambas caras, observando su brillo y su grano, especialmente por la parte de la flor, su color, la presencia de manchas, de lesiones (cortes, agujeros) u otros defectos, y si doblándolo se agrieta y rompe o si se mantiene inalterado.

Examínase después el aspecto de la sección, observando si se presenta compacta y homogénea o bien esponjosa, y si tiene color obscuro y uniforme o bien si presenta líneas más claras paralelas a la superficie, que son a menudo indicio de una desigual o incompleta penetración de la substancia curtiente.

El examen de la sección puede hacerse mejor cortando tiras de 2 a 3 cm de longitud, 2 mm de anchura y 0,5 mm de espesor, entre dos cortes normales al espesor de la piel, inmergiéndolas por 15 minutos en ácido acético al 20 por 100 y observando luego el aspecto: las secciones de cueros bien curtidos no aparecen transparentes y se hinchan poco y uniformemente, mientras las de cueros mal curtidos se hinchan de un modo notable en las partes que no han absorbido perfectamente la materia tánica, y de aquí que la superficie deje de presentarse uniforme; y observada por transparencia presentan una estría clara y brillante en la parte central (1).

2. Peso específico.—Puede determinarse cortando en el cuero un cuadrado de unos 10 cm de lado, midiendo exactamente las dimensiones y el espesor en diversos puntos por medio de un calibre micro-

(1) Para cortar las secciones del espesor indicado y para observarlas más fácilmente se han construído también aparatos especiales.

métrico, deduciendo el espesor medio y calculando el volumen. El peso específico viene dado por el cociente del peso en gramos del pedazo en ensayo por su volumen en centímetros cúbicos.

Otro método consiste en cortar una tira de cuero de 25-30 cm de longitud y 1-2 cm de anchura y sumergirla, después de haberla pesado, en una probeta graduada que contenga mercurio, teniéndola en una forma u otra enteramente sumergida; el aumento de volumen del mercurio indica el volumen del fragmento en ensayo, y conocido el volumen se calcula el peso específico.

Hay que advertir que el contenido del cuero en agua influye notablemente en el peso específico, de donde que para tener resultados concordantes convenga determinar la humedad del cuero en examen, y referir el peso del pedazo usado para la determinación del peso específico a un contenido normal de humedad (18 por 100) para calcular el peso específico. También el contenido en substancias grasas puede influir notablemente sobre el peso específico.

Obsérvese también que el peso específico varía en las diversas regiones de la piel, y de ahí que convenga determinarlo sobre pedazos tomados en diversos puntos, y buscar luego el promedio de los resultados.

3. Pruebas de resistencia.—Se hacen especialmente pruebas de *tracción*, para las cuales se emplea un dinamómetro de la clase del que se empléa para las pruebas sobre los tejidos, ensayando tiras de cuero de longitud y anchura determinadas (de ordinario 1-2 cm de anchura, según la clase y el espesor). Se determina la resistencia a la rotura y el alargamiento, expresando la primera en Kg por milímetros cuadrados de sección y el segundo en tanto por ciento de la longitud de las tiras. En algún caso puede procederse también a pruebas de resistencia a la *compresión*.

También es importante la prueba de *flexibilidad*, que se lleva a cabo doblando en arco una tira de cuero, con la flor hacia fuera, primero con un diámetro igual a 10 veces el espesor, y después con diámetros menores (pueden utilizarse a tal fin cilindros de los diversos diámetros, sobre los cuales se arrolla la tira en ensayo), y observando si el cuero se agrieta y si las hendeduras son más o menos profundas.

4. Pruebas de permeabilidad. — Tienen por fin reconocer la mayor o menor facilidad con que el cuero se deja penetrar por el agua, y pueden verificarse de diversos modos, entre los cuales hay que mencionar los siguientes:

1.° Se determina el peso de agua absorbido por imbibición de un peso dado de cuero. A tal fin un pedazo del cuero en examen, previamente pesado (de unos 20 gr), se pone en una cápsula plana y se vierte agua hasta cubrirlo completamente; a intervalos sucesivos de una hora se quita el agua, y se enjuga cuidadosamente el cuero, para pesarlo y bañarlo de nuevo, hasta que no se tenga más aumento de peso. El peso del agua absorbida se refiere, para tener resultados

confrontables, a 100 de cuero con humedad normal (18 por 100), lo cual es fácil si se ha determinado previamente la humedad en la muestra.

2.° Determínase el tiempo necesario para que el cuero en examen sea en determinadas condiciones atravesado por el agua. Puede emplearse un aparato sencillísimo (1), formado por un tubo metálico abierto, de unos 60 cm de altura, a cuyo extremo inferior se puede adaptar, por medio de un anillo con tornillos de presión, un disco del cuero en examen, de modo que cierre perfectamente el tubo constituyendo su fondo. El cuero debe estar dispuesto con la flor hacia el interior del cilindro, y su espesor debe haber sido previamente medido. Llénase el tubo de agua destilada hasta una altura de 50 cm y se abandona, suspendido de un soporte, hasta que el agua, habiendo atravesado el cuero, comienza a gotear; el resultado se expresa indicando el tiempo transcurrido y el espesor del cuero empleado.

5. Examen microscópico.—Puede dar en algún caso útiles indicaciones, y se practica, ya observando a la luz reflejada y con moderado aumento la superficie del cuero, para reconocer en ella el grano característico de cada clase de producto y los eventuales defectos, ora observando por transparencia las secciones delgadísimas, obtenidas con una navaja sobre un fragmento de cuero endurecido por inmersión en alcohol metílico. Las secciones se pueden teñir teniéndolas por 24 horas en una solución diluída de picrocarmín, y se observan en agua glicerinada. Esas, en los cueros bien curtidos, presentan en los intersticios de las fibras masas obscuras y brillantes; las materias extrañas que puedan haberse empleado para cargar el cuero se ven a menudo aglomeradas también entre las fibras; con el picrocarmín las fibras elásticas se tiñen de amarillo de canario, el tejido conjuntivo y los núcleos celulares en rojo. En todo caso conviene verificar el examen microscópico en confrontación con muestras de naturaleza conocida.

2. Análisis químico

Las principales determinaciones que han de verificarse sobre el cuero son las de la humedad, de las cenizas, de la substancia grasa, de las substancias solubles en agua (curtientes y no curtientes), de las substancias nitrogenadas (substancia dérmica); de los resultados obtenidos se deducen luego las substancias curtientes combinadas y la substancia coriácea, el coeficiente de rendimiento y el grado de curtido. Otras determinaciones que pueden convenir son las de los azúcares, del ácido sulfúrico libre, de la cal (en las cenizas).

En cuanto al modo de expresar los resultados del análisis, una

(1) Casaburi, *Cuoio genuino e cuoio adulterato*; Caserta, 1914.

vez determinada la humedad, los demás componentes se suelen referir a ciento de substancia que contenga una proporción de humedad considerada como normal (18 por 100 para cueros no engrasados: V. más adelante). En algún caso puede también requerirse el referir los resultados a la substancia seca y, para los cueros engrasados, a veces a la substancia seca y privada de grasa.

Los métodos que deben emplearse para tales análisis son los siguientes:

1. **Determinación de la humedad.**—Se secan 5-10 gr de cuero, finamente dividido, a 100°-105° hasta peso constante, y se refiere la pérdida de peso a ciento del cuero examinado.

Para los cueros engrasados, esta determinación está sujeta a una causa de error por la oxidación que algunas grasas experimentan cuando se calientan largo tiempo en contacto del aire: en tal caso, si se desean resultados rigurosamente exactos, hay que verificar la desecación en el vacío o en corriente de anhídrido carbónico.

2. **Determinación y examen de las cenizas.**—En una cápsula se carbonizan con cuidado 5-10 gr de substancia, luego se calcinan sin pasar del rojo obscuro y con adición de un poco de nitrato amónico para facilitar la combustión. A menudo con este método es difícil obtener la incineración completa; en tal caso es preferible pesar el cuero reducido a pequeños fragmentos y dejarlo caer de pedazo en pedazo en un crisol ya calentado al rojo obscuro, atendiendo cada vez a que el pedazo se haya consumido antes de echar el siguiente.

Si las cenizas son abundantes, es conveniente proceder a su análisis cualitativo. Las cenizas del cuero genuino curtido al tanino constan esencialmente de carbonato de calcio, con indicios de hierro y de fosfatos; si el cuero está teñido, pueden hallarse metales procedentes de mordientes empleados en la tintura (estaño, cobre, hierro, cromo, aluminio); el estaño puede provenir también del blanqueo mediante cloruro estannoso. Pequeñas cantidades de silicatos (talco, caolín), pueden haberse empleado para el apresto del cuero. Por fin otras substancias minerales (sales de bario, de magnesio, de plomo, cloruro sódico) pueden haberse agregado como carga para aumentar el peso. El análisis cuantitativo completo de las cenizas rara vez es necesario; pero puede a veces convenir la determinación en ellas de la *cal*, que se verifica por los métodos ordinarios del análisis mineral.

3. **Determinación y examen de las substancias grasas.**—Se hace extrayendo 20 gr de cuero, finamente dividido o reducido a polvo, en un aparato de extracción, con sulfuro de carbono o con éter de petróleo; terminada la extracción se destila la mayor parte del disolvente, se evapora el residuo al baño maría en una cápsula tarada, y se deseca en estufa a 100°-105° hasta peso constante.

Hay que advertir, no obstante, que algunas substancias grasas, como el degrás, no se disuelven completamente en los disolventes.

Si las substancias grasas están en cantidad notable, es conveniente examinarlas determinando las constantes (tomo I. Cap. Substancias grasas), para reconocer su naturaleza.

4. Determinación de las substancias solubles.—El cuero privado de las grasas en la determinación precedente, y desecado al aire para eliminar el disolvente, se deja por 12 horas en contacto con unos 200 cm³ de agua a la temperatura ordinaria, y luego se prosigue la extracción con agua por 1 ½ a 2 horas, hasta el volumen de 1 litro. Puede servir a tal objeto un aparato de extracción como el de Kock (fig. 66), formado por un frasco de cuello ancho *A* de 200 cm³ de capacidad, cerrado con un tapón atravesado por dos tubos de vidrio, uno de los cuales apenas rebasa la superficie interior del tapón, y exteriormente se puede enlazar, mediante un tubo de caucho que se puede obturar mediante una pinza *m*, con la tubulura lateral de un frasco *B* situado a metro y medio de altura y lleno de agua; el otro tubo llega hasta casi el fondo del frasco *A*, donde termina ensanchado en embudo *i*, y exteriormente está doblado y se puede enlazar mediante un tubo de goma, provisto de pinza *n*, a otro tubo *s* de modo que formen un sifón que termine en un matraz graduado de 1 litro *C*. Cerrado el extremo ensanchado del tubo *i* con gasa o muselina, se ponen en el frasco *A* la substancia y el agua; transcurridas 12 horas se abren las pinzas *m* y *n* de modo que por la presión del agua el líquido contenido en *A* pase al matraz graduado *C* mientras penetra nueva agua en *A*; se prosigue la operación, regulando la velocidad de entrada y salida del agua de modo que se obtenga el volumen de 1 litro en el tiempo prescrito.

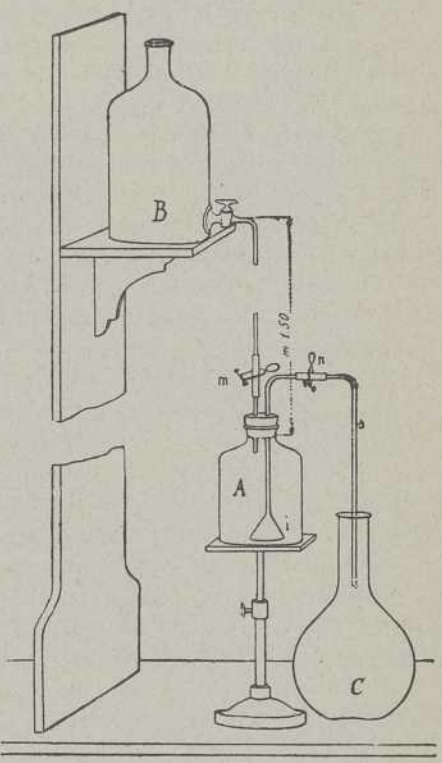


Fig. 66.

De la solución acuosa obtenida, después de haberla filtrado, se toman 200 cm³ (correspondientes a 4 gr de cuero), se evaporan al baño maría y se deseca el residuo a 100°: éste representa las *substancias solubles totales*. Luego se incinera el residuo seco y se pesan

las cenizas, que representan las *substancias minerales solubles* o *cenizas solubles* (de las cuales se verifica, si conviene, el examen cual litativo); por diferencia se tienen las *substancias orgánicas solubles*.

Otros 500 cm^3 de la solución acuosa filtrada (correspondientes a 10 gr de cuero) se concentran, reduciéndolos al volumen de 125 cm^3, y sobre ellos se verifica la determinación de las *substancias solubles no curtientes* mediante el polvo de piel, procediendo como se ha indicado en el Cap. Substancias tánicas (pág. 479). Restando de ellas las substancias minerales solubles, se tienen las *substancias orgánicas solubles no curtientes*.

Por fin la diferencia entre las substancias solubles totales y las substancias solubles no curtientes da las *substancias solubles curtientes*, o sea el *tanino no combinado* con la piel.

5. Determinación de la substancia dérmica, del tanino combinado y de la substancia coriácea.—La *substancia dérmica*, es decir la *substancia nitrogenada* que constituye la piel, se deduce del contenido del cuero en nitrógeno (1), que se determina por el método Kjeldhal Ulsch (V. tomo I, Cap. Abonos) empleando 0,6 gr de cuero finamente dividido. Del tanto por ciento de nitrógeno se pasa al de la substancia dérmica, teniendo en cuenta que 100 partes de ésta contienen por término medio 17,8 por 100 de nitrógeno en las pieles de bóvidos, de caballo, de cerdo; 17,4 por 100 en las de cabra, ciervo, reno; 17,1 por 100 en las de carnero. O sea, 1 de nitrógeno corresponde en el primer caso a 5,62; en el segundo a 5,75; en el tercero a 5,85 de substancia dérmica.

Hecho esto, y teniendo ya los datos de las determinaciones hechas en 1, 2, 3, 4, se obtiene el *tanino combinado* por ciento, restando de 100 la suma de los tantos por ciento de la humedad (tomada igual a 18 si los demás componentes se refieren a la substancia con humedad normal), de las cenizas, de las grasas, de las substancias orgánicas solubles y de la substancia dérmica obtenida como arriba.

En fin, la suma de la substancia dérmica y del tanino combinado da la *substancia coriácea* o cuero puro.

Como comprobación, se puede determinar también directamente la substancia coriácea pesando el cuero que queda de la extracción de las substancias grasas y de las solubles (V. n. 3 y 4) después de haberlo exprimido y desecado a 100°-105°, refiriendo el peso hallado 100 partes de substancia (con humedad normal) y restando el tanto por ciento de las cenizas ya rebajado a su vez en el de las cenizas solubles.

Por fin se puede calcular el *tanino total*, que es la suma del tanino

(1) Se supone que no existen otras substancias nitrogenadas, además de la substancia dérmica, como por ejemplo cola y productos análogos, los cuales se agregan a veces a los cueros, insolubilizándolas con tanino, a fin de aumentar el peso.

combinado, determinado como se ha dicho antes, y del no combinado, determinado en el n. 4.

6. Cálculo del coeficiente de rendimiento y del grado de curtido.—El *coeficiente de rendimiento* es el peso de cuero (con humedad normal) que proviene de 100 partes de substancia dérmica. Si d es el tanto por ciento de substancia dérmica referida al cuero (con humedad normal), el coeficiente de rendimiento será $\frac{10000}{d}$.

El *grado de curtido* expresa el tanino combinado con 100 partes de substancia dérmica; si d es el tanto por ciento de ésta y t el del tanino combinado, el grado de curtido será $\frac{100\,t}{d}$.

7. Determinación de los azúcares.—Se verifica especialmente cuando las substancias orgánicas solubles están en cantidad superior a las curtientes, de modo que hacen sospechar una adulteración con substancias azucaradas o con productos que las contengan, por ejemplo con jarabes de dextrina, maltoles, etc.

Se puede emplear para la determinación una solución acuosa preparada como en la determinación de las substancias solubles (20 gr de cuero con 1 litro de agua); de ella se toma una parte alícuota tal que concentrándola y dándole luego el volumen de 200 cm^3 se tenga una solución que no contenga más de 1 por 100 de azúcares. De ordinario es preciso a tal fin concentrar 800 cm^3 de solución convirtiéndolos en 200 cm^3. Estos se tratan con 20 cm^3 de acetato básico de plomo, se agita, se deja en reposo por un cuarto de hora y se filtra por filtro seco; a 100 cm^3 del filtrado (que no debe precipitar por ulterior adición de acetato de plomo) se agregan 100 cm^3 de solución de sulfato sódico de concentración correspondiente a la del acetato de plomo, se agita, y se deja posar y se filtra de nuevo. El filtrado sirve para la determinación de las substancias reductoras (1) con el licor de Fehling, que se puede hacer por pesada o volumétricamente según los métodos conocidos (V. Azúcares, Métodos generales, págs. 150 y 154) (2).

Si existe sacarosa (melaza) se puede determinar sometiendo a la inversión otra porción del líquido filtrado después del tratamiento con sulfato sódico, determinando en él nuevamente los azúcares

---

(1) Las substancias reductoras que pueden ser glucosa, maltosa, etc., se calculan como glucosa.

La presencia de glucosa puede también provenir de la adición de jarabes de dextrina; en tal caso el poder rotatorio del líquido filtrado será mayor que el que podría calcularse a base de la glucosa hallada (V. Cap. Azúcares).

(2) Si sólo se debe determinar la glucosa, es suficiente menor cantidad de solución; es decir se pueden concentrar 400 cm^3 de la solución primitiva, reduciéndolos a 100 cm^3, tratarlos con 10 cm^3 de acetato básico de plomo, filtrar, y tratar 50 cm^3 del filtrado con 5 cm^3 de sulfato sódico; luego volver a filtrar y proceder en el líquido a la determinación con el Fehling.

reductores con el líquido de Fehling y calculando la diferencia entre las dos determinaciones como azúcar invertido: este, multiplicado por 0,95, da la sacarosa.

Cuando se quiera solamente comprobar que el cuero en examen no contiene más que una cantidad dada de substancias reductoras (por ejemplo más de 1,5 ó de 2 por 100), se puede concretar la determinación a un ensayo sumario, procediendo como sigue: 30 gr de cuero se agotan con agua caliente, filtrando por tela y lavando y exprimiendo el cuero; la solución se concentra, se trata con la cantidad necesaria de acetato básico de plomo, luego con sulfato sódico hasta precipitación completa, se diluye hasta 100 cm^3 y se filtra. El filtrado se somete a una valoración con el líquido de Fehling: si 10 cm^3 de éste (diluídos con 40 cm^3 de agua) son reducidos enteramente por 11 cm^3 de filtrado, el cuero contiene más de 1,5 por 100 de substancias reductoras; si son reducidos por 8,25 cm^3 del filtrado, contiene más de 2 por 100.

8. Determinación del ácido sulfúrico libre.—Esta determinación presenta muchas dificultades e incertidumbres, porque además del ácido sulfúrico que puede haberse empleado en la preparación, y además de los sulfatos neutros que pueden estar contenidos en el cuero, hay que tener presente que puede formarse ácido sulfúrico por el azufre contenido en la substancia dérmica, o por substancias colorantes que contengan azufre, o por aceites o grasas sulfuradas. Para la determinación del ácido sulfúrico libre se han señalado los siguientes métodos:

a) Método de Balland y Maljean.—Consiste en determinar el ácido sulfúrico total y el combinado y deducir por diferencia el ácido sulfúrico libre. Para determinar el ácido sulfúrico total, se tratan en una cápsula de platino 10 gr de cuero con 10 cm^3 de solucin de carbonato sódico al 10 por 100, agregando también un poco de nitrato potásico; se deseca a suave calor, se incinera con cuidado, se trata el residuo con agua caliente, agregando agua de bromo y ácido clorhídrico, se filtra, se lava el residuo con agua y en el filtrado se determina el ácido sulfúrico precipitándolo con cloruro de bario y calculándolo como SO_3.

Determínase luego el ácido sulfúrico combinado, incinerando otros 10 gr de cuero sin adición de sosa y nitro, y prosiguiendo como antes.

Para tener el ácido sulfúrico libre (calculado en SO_3), se halla la diferencia entre los dos resultados, y de ella se resta además 0,14 por 100 (referido al cuero con humedad normal), cantidad media de SO_3 proveniente, en la determinación del ácido sulfúrico total, de la oxidación del azufre de la substancia dérmica. Es inútil advertir que si existen los sulfatos de aluminio, de cromo y férrico, estos en la determinación del ácido sulfúrico combinado pierden el anhídrido

sulfúrico transformándose en óxidos: en tal caso, para tener resultados exactos, hay que calcinar fuertemente hasta descomposición completa de los sulfatos mencionados, determinar en las cenizas obtenidas los correspondientes óxidos y restar también del ácido sulfúrico libre resultante el SO_3 correspondiente a los óxidos así hallados.

Este método, aunque a menudo recomendado, no está exento de inconvenientes, además de ser excesivamente largo y complicado.

b) Método de F. Jean.—Una cantidad pesada de cuero se agita, en aparato de extracción, con alcohol absoluto, al cual se agrega un poco de carbonato sódico para saturar el ácido; luego se destila el alcohol, se evapora a sequedad, se trata con agua y ácido clorhídrico y se precipita con cloruro de bario, calculando el resultado en SO_3 (1).

* * *

Un *buen cuero al tanino* debe ser de un color uniforme y típico según la clase de las materias tánicas empleadas para su curtido; debe presentar la superficie lisa, brillante, sin manchas, lesiones u otros defectos; su sección debe presentarse compacta, homogénea y de color uniforme. El peso específico puede variar notablemente, pero en los buenos cueros para suelas y para correas es comúnmente de 1 a 1,1; un peso específico menor puede ser indicio de defectuosa preparación, y uno demasiado elevado (a veces 1,2-1,3) puede ser debido a la adición de substancias extrañas (carga).

La *resistencia a la tracción* de los cueros para suela es de ordinario de 2-3 Kg por milímetro cuadrado y debería ser por lo menos de 3 Kg en los buenos cueros de correa; estos últimos son tanto mejores cuanto menor es su alargamiento por tracción. En el ensayo de flexión el cuero no debe alterarse ni agrietarse al ser encorvado según un diámetro decuplo del espesor.

Los cueros bien curtidos *no absorben agua* más que en pequeña cantidad; en cambio los cueros de mala calidad absorben a veces un peso de agua hasta muy superior al del mismo cuero. Además los cueros se deben considerar como tanto mejores cuanto más tiempo resisten al ensayo de penetración del agua.

En cuanto a la *composición química*, la humedad media o normal en los cueros no engrasados se puede considerar como de 18 por 100, con variaciones hasta de ± 2,5 por 100, según las condiciones atmosféricas. La humedad media *a* de los cueros engrasados viene dada por la fórmula

$$a = \frac{8200 + 18\,(100 - g)}{1800\,(100 - g)}$$

siendo *g* el tanto por ciento de grasa en la substancia seca; y las variaciones pueden ser de ± 2 por 100.

---

(1) Según Nicolardot (*Ann. aes falsifications*, VII, 1914, pág. 195) se puede también extraer el ácido sulfúrico libre mediante la ebullición con agua. En tal caso conviene operar en presencia de carbonato de bario; el residuo insoluble se trata con ácido clorhídrico y se pesa el sulfato de bario que queda sin disolver y corresponde al ácido sulfúrico libre.

TABLA XLI

Ejemplos de análisis de cueros para suela

CLASE	Humedad	Cenizas	Grasas	Substancias solubles			Substancia coriácea			Substancias reductoras del Fehling	Coeficiente de rendimiento	Grado de curtido	AUTOR
				Curtientes	No curtientes	Total	Substancia dérmica	Tanino combinado	Total				
Inglés, curtido sin extracto .	17,08	0,59	0,84	—	—	20,00	35,37	26,40	61,77	—	—	74,6	Parker
Íd. íd. íd.	16,80	0,72	0,92	—	—	18,40	34,90	28,70	63,60	—	—	82,2	íd.
Inglés (ovest), curtido sin extracto . . .	17,22	0,86	1,09	—	—	20,20	35,00	26,32	61,32	—	—	75,2	íd.
Franc., curtido sin extracto a la encina .	18,08	0,76	0,11	—	—	7,28	42,60	31,73	74,33	—	—	74,4	íd.
Íd. íd. íd.	18,60	0,58	0,42	—	—	7,04	43,20	30,62	73,82	—	—	70,9	íd.
Inglés, curtido mixto . . .	15,60	1,02	0,80	—	—	16,60	35,60	31,10	66,70	—	—	87,3	íd.
Íd. íd. íd.	16,52	0,99	1,10	—	—	18,20	34,70	29,20	63,90	—	—	84,1	íd.
Íd. íd. íd.	16,80	0,85	0,90	—	—	18,85	36,10	27,10	63,20	—	—	75,0	íd.
Íd. íd. íd.	14,12	0,94	0,81	—	—	22,92	37,30	24,65	61,95	—	—	66,0	íd.
Franc., íd. íd.	15,80	1,40	1,40	—	—	18,10	36,00	28,48	64,48	—	—	79,1	íd.
Íd. íd. íd.	16,45	1,62	1,10	—	—	17,80	35,60	28,90	64,50	—	—	88,1	íd.
Íd. íd. íd.	16,34	1,31	0,95	—	—	17,50	39,20	25,80	65,00	—	—	63,8	íd.
Curtido a la encina . . .	18,00	0,33-0,74	0,13-1,34	1,94-5,01	1,16-4,22	—	41,74 49,02	27,78-32,39	—	0-0,39	204-240	58,1-77,1	Jettmar
Alemanes (del norte) . . .	18,00	0,47-0,73	0,16-0,83	4,56-6,72	2,47-5,12	—	35,68-41,34	30,88-34,26	—	0.16-0,36	242-280	74,8-93,3	íd.
Italiano . . .	18,00	0,80	0,50	5,20	1 60	6,80	43,16	30,74	73,90	—	230	71	Baldracco
Íd.	18,00	0,77	0,40	8,32	2,29	10,61	40,78	29,44	70,22	0,14	245	72	íd.

La cantidad de *cenizas* varía, en los cueros genuinos, entre 0,3 y 2 por 100, y por término medio oscila alrededor de 1 por 100; cuando se aproxima a 2 (1,5-2 por 100) se puede sospechar que en la preparación de la piel no haya sido bien eliminada la cal, o que se hayan empleado substancias minerales para el apresto de la piel; si la cantidad excede de 2 por 100 se podrá sospechar una adulteración (carga) con substancias minerales, lo cual vendrá confirmado por la composición de las cenizas en cuestión; por lo que se refiere a la cal, en los cueros bien elaborados rara vez pasa de 0,25 por 100, y puede llegar a 0,5 si la piel ha sido descalcinada mediante el ácido sulfúrico.

Las *substancias grasas* están de ordinario contenidas en los cueros no engrasados en cantidad de 0,2 a 1 por 100, y todo lo más 1,5 por 100, excepto para algunas clases de pieles, como las de oveja y de jabalí, en las cuales puede llegar hasta 3-6 por 100. Los cueros ligeramente aceitados en la afinación pueden contener aproximadamente 3 por 100 de grasas; por fin los engrasados, para correas o para palas de calzado, contienen cantidades de grasas bastante variables que pueden a veces llegar, y aun exceder, a 30 35 por 100.

Las *substancias solubles en agua* pueden estar en cantidad muy diversa según la clase del cuero y el sistema de curtido empleado, y hay mucha disparidad de opiniones sobre el límite máximo de la cantidad de ellas que se debe tolerar en un buen cuero. Pero en todo caso, en los cueros genuinos, las substancias solubles curtientes están en cantidad por lo menos igual y a menudo notablemente superior a las no curtientes; y estas últimas deben ser casi del todo orgánicas, y entre ellas no deben hallarse azúcares, fuera de una pequeñísima cantidad de substancias reductoras provenientes de las substancias tánicas empleadas (de ordinario 0,25 por 100 aproximadamente, pero generalmente se tolera un contenido de substancias reductoras hasta 1,5-2 por 100) (1).

Los tantos por ciento de *substancia dérmica* y de *tanino combinado* varían mucho con la clase de los cueros y el procedimiento de curtido; en general los cueros de suela genuinos contienen 60-75 por 100 de substancia coriácea, en la cual el tanino combinado está siempre en cantidad menor que la substancia dérmica, de donde que el grado de curtido sea inferior, y a menudo en mucho, a 100.

El contenido en *ácido sulfúrico libre* es muy importante, por los efectos nocivos que puede ejercer sobre la resistencia y la conservabilidad del cuero y de los objetos con él fabricados. Un cuero genuino no debería contener ácido sulfúrico libre, o todo lo más mínimos vestigios; pero se puede tolerar una pequeña cantidad (hasta 0,1 por 100 según algunos, y hasta 0,3 por 100 según otros). Hay que tener también presente que dada la incertidumbre de los métodos señalados para esta determinación, los límites a veces fijados sólo tienen valor cuando se ha establecido el método analítico que se ha de seguir.

En la tabla XLI de la página 510 se exponen los análisis de algunos cueros para suela genuinos.

---

(1) No se olvide que estas cantidades toleradas de substancias reductoras, si están constituídas por verdaderos azúcares, como por ejemplo glucosa, pueden ser indicio de la presencia de mayores cantidades de dextrinas.

CUEROS AL CROMO

1. Pruebas físicas y mecánicas

Examínanse los caracteres externos (color y aspecto de la superficie y de la sección), y se determinan el peso específico, la resistencia y la permeabilidad procediendo como para los cueros al tanino.

2. Análisis químico

El análisis de los cueros al cromo comprende las determinaciones señaladas a continuación:

1. Determinación de la humedad.—Se lleva a cabo como en los cueros al tanino.

2. Determinación de las cenizas.—Se procede como en los cueros al tanino, empleando, si conviene, menor cantidad de substancia. Hay que advertir sin embargo que el resultado no expresa el verdadero contenido del cuero en substancias minerales, porque los ácidos combinados con los óxidos de cromo y de alúmina son eliminados en la calcinación.

El examen cualitativo de las cenizas revela la adición de substancias minerales extrañas (carga).

3. Determinación del óxido de cromo y de la alúmina.—En un espacioso crisol de platino se incinera una cantidad pesada de substancia (2-5 gr); las cenizas obtenidas se mezclan cuidadosamente, en el mismo crisol, con una cantidad aproximadamente 10 veces mayor de una mezcla de carbonato sódico seco (2 partes) y nitrato potásico (1 parte) o bien de carbonato sódico (15 partes), carbonato potásico (5 partes) y clorato potásico (1 parte), y se calienta con el crisol abierto, primero con una llama pequeña, y despues por un cuarto de hora al soplete. Déjase enfriar, trátase con agua hirviente, fíltrase y se diluye el filtrado hasta 250 cm^3.

En 100 cm^3 de esta solución se reduce el ácido crómico mediante ebullición prolongada con ácido clorhídrico y un poco de alcohol, y luego se precipita el óxido de cromo y la alúmina con amoníaco, recogiendo y pesando el precipitado ($Cr_2O_3 + Al_2O_3$) del modo usual.

Otros 100 cm^3 de la solución se tratan con 5-10 cm^3 de ácido clorhídrico concentrado y con 10 cm^3 de solución de yoduro potásico y se valora el yodo liberado con solución valorada de tiosulfato sódico en presencia de engrudo de almidón, deduciendo del resultado el *óxido de cromo*. La *alúmina* se tiene por diferencia entre las dos determinaciones.

4. Determinación de las substancias grasas y del azufre libre.—Para la determinación de las grasas se procede como se ha dicho

para los cueros al tanino, usando para la extracción sulfuro de carbono exento de azufre. Si el cuero contiene azufre libre, se halla éste junto con la substancia grasa así extraída. En tal caso ésta, después de haberla pesado, se oxida cuidadosamente en una cápsula de platino con ácido nítrico fumante, hasta disolución completa; luego se evapora el ácido al baño maría y se neutraliza el residuo con solución concentrada de carbonato sódico, se evapora a sequedad y se carboniza el residuo. Trátase con agua, acidifícase con ácido clorhídrico, complétase la oxidación haciendo hervir con un poco de agua de bromo y se precipita con cloruro de bario. Del peso de sulfato de bario se deduce el *azufre*, el cual se debe restar del peso de *substancia grasa* antes hallado.

5. Determinación de los álcalis y del ácido sulfúrico total.—El cuero privado de las grasas con la operación precedente se deseca y se pesa; tómase de él una parte alícuota (unos 5 gr), trátase con 50 cm^3 de ácido nítrico fumante y se abandona a la temperatura ordinaria hasta disolución completa, que requiere 12-14 horas; la disolución se puede acelerar calentando moderadamente hacia el fin de la reacción. Evapórase luego la mayor parte del ácido y se completa con agua el volumen de 500 cm^3.

En 200 cm^3 de la misma solución se determina el *ácido sulfúrico total* mediante precipitación con cloruro de bario, calculándolo como SO_3. Pero hay que advertir que en el ácido sulfúrico así hallado está comprendido también el proveniente del azufre libre y del azufre de la substancia dérmica.

Otros 200 cm^3 de solución sirven para la determinación de los *álcalis;* a tal fin se evaporan a sequedad, se calcina ligeramente el residuo, se trata con agua y ácido clorhídrico, se eliminan los metales no alcalinos con amoníaco y carbonato amónico (1); el filtrado se evapora a sequedad con adición de un poco de ácido sulfúrico; se calcina el residuo para expulsar las sales amónicas y se pesa; así se tienen los sulfatos de sodio y de potasio conjuntamente. Cuando se requiera la determinación separada de los dos álcalis, ésta se puede realizar por los usuales métodos del análisis mineral (V. Abonos, tomo I, pág. 169 y 185).

6. Determinación del cloro.—En una cápsula de platino se tratan 3-5 gr de cuero con 25 cm^3 de una solución de carbonato sódico puro al 10 por 100; evapórase a sequedad y se incinera el residuo; trátase con agua, neutralízase con ácido nítrico y se determina el cloro por pesada o volumétricamente según los métodos conocidos.

---

(1) Si existe magnesia, lo cual habrá sido revelado por el análisis cualitativo, se agrega un poco de hidrato de barro, eliminando luego por filtración el precipitado, antes de agregar el carbonato amónico

7. Determinación de la substancia dérmica.—Se puede obtener determinando el nitrógeno como en los cueros al tanino, empleando 0,5 gr de substancia.

***

Los cueros al cromo se distinguen generalmente de los cueros al tanino por el color verde azulado de la superficie y de la sección; su peso específico es de ordinario algo menor que el de los cueros al tanino, y es en cambio mayor la resistencia a la tracción y a la flexión y a la acción del agua.

Respecto a la *composición química,* el contenido medio en humedad oscila alrededor de 15 %; las cenizas llegan a menudo a 10-15 %, y el óxido de cromo a 2-5 %. El contenido en substancia dérmica es mayor que en los cueros al tanino, pues puede variar entre 56 y 75 % aproximadamente.

CAPÍTULO XV

SUBSTANCIAS COLORANTES

Los productos que se emplean como colores en las artes y en las industrias pueden ser de diversa naturaleza y origen, pero se pueden clasificar en dos grandes categorías según su origen y composición química, a saber: en los constituídos por substancias minerales y en los formados por compuestos orgánicos. De estas dos categorías de substancias colorantes se trata separadamente en los párrafos que siguen.

COLORES MINERALES

Los colores minerales pueden ser *naturales* o *artificiales*.

Entre los primeros hay que citar algunas substancias blancas, y esencialmente las *tierras de color* formadas por materias terrosas o arcillosas a las que la presencia de ciertos compuestos metálicos (especialmente de hierro) y a veces de carbono libre comunica determinadas coloraciones.

Entre los colores artificiales son sobre todo importantes y numerosos los formados por compuestos metálicos definidos (óxidos o hidratos, sales) o por mezclas de dos o más compuestos, o por carbono solo o asociado a otras substancias. Además hay que recordar los *colores metálicos* constituídos por polvos de diversos metales. Por fin se suelen considerar entre los colores minerales las *lacas* formadas por materias colorantes orgánicas fijadas a substancias minerales, generalmente óxidos metálicos.

Los colores minerales se hallan en el comercio en estado sólido, en terrones y en polvo, ya preparados para el uso, ya empastados o mezclados con substancias diversas (*vehículos*) como agua, goma, cola, esencia de trementina, resinas y aceites de resina, aceites grasos, etc.

El examen de estos colores comprende algunos ensayos técnicos, encaminados a reconocer su calidad en lo que respecta al uso práctico a que van destinados, y el análisis químico, que tiene por objeto identificarlos, conocer su composición y el grado de pureza y revelar sus sofisticaciones.

Los ensayos que se pueden aplicar uniformemente a los colores, como son especialmente los ensayos técnicos y algunas pruebas químicas preliminares, se describen a continuación como Métodos generales; luego se indican, para los colores más importantes, las investigaciones particulares que se pueden verificar sobre ellos.

MÉTODOS GENERALES

1. Ensayos técnicos

Los ensayos que principalmente puede convenir practicar sobre los colores minerales, para reconocer si son más o menos apropiados a los usos a que se destinan en la práctica, son los que se refieren al tono e intensidad del tinte y al poder cubriente, a la estabilidad a la luz, a los agentes atmosféricos, a los agentes químicos y al calor, al modo de comportarse en las mezclas con otros colores o con los diversos vehículos o con las substancias que constituyen el objeto sobre el cual deben ser aplicados, y por fin, en algunos casos, su aptitud para ser utilizados en el estampado de tejidos.

Si el color en examen se presenta ya preparado o en pasta, es a menudo necesario, para proceder a los ensayos señalados, separarlo previamente del vehículo con que está mezclado, y esto se hace como está indicado más adelante (V. Análisis químico, n. 1).

1. Tono e intensidad del color.—El tono de un color se deduce de la simple confrontación con otros colores semejantes. La intensidad colorante se mide por el tinte más o menos intenso que comunica a una substancia dada con la cual se mezcla en determinadas proporciones, y se determina comparando el color en examen con un color de la misma naturaleza elegido como tipo. A tal fin, una parte en peso del color en examen se mezcla íntimamente con diez partes de una substancia blanca (óxido de zinc, sulfato de plomo, caolín, sulfato de bario), y se observa el color de la mezcla en confrontación con el de otra mezcla preparada en las mismas condiciones con el color tipo y la misma substancia blanca, extendiendo ambas, una al lado de la otra, por medio de una espátula, sobre un plano. Si la mezcla con el color en examen es más clara que la mezcla con el color tipo, se tendrá que la intensidad colorante del color en examen es más débil que la del tipo y viceversa. Preparando una serie de mezclas en proporciones diversas del color tipo con la substancia blanca y

comparándolas con las preparadas con el color en examen, como antes se ha dicho, se podrá también establecer la proporción entre la intensidad del color en examen y la del tipo.

Si se trata de examinar un color blanco, se comparan en cambio mezclas preparadas en proporciones convenientes, del blanco en examen y el blanco tomado como tipo, con una misma substancia negra (p. ejemplo carbón de huesos) o colorada: es más intenso el blanco que en las mismas proporciones da una mezcla de tinte más claro.

Si el color en examen está amasado con agua u otras substancias, hay que desecarlo o separarlo de las substancias extrañas antes de someterlo al ensayo descrito.

Por fin si se trata de colores para pintura al óleo, conviene repetir el ensayo amasando las mezclas, preparadas con el color en examen y con el tipo, con la cantidad necesaria de aceite de linaza cocido, extendiéndolas sobre una placa de vidrio y comparar los tintes una vez secos.

2. Poder cubriente.—Es la propiedad de un color, cuando se aplica con vehículo apropiado sobre una superficie diversamente colorada, de ocultar (cubrir) el color de esta última; y es tanto mayor cuanto menor es la cantidad de color necesaria para cubrir bien una determinada extensión de aquella superficie, o cuanto mayor es la extensión cubierta por una misma cantidad de color. No se confunde esta propiedad con la intensidad colorante, pues hay colores de tinte muy intenso pero de escaso poder de cubrir, es decir que aplicados como se ha dicho, forman una capa más o menos transparente y dejan por lo tanto reconocer el color subyacente.

Este poder se puede determinar en la práctica por comparación del color en examen con un color tipo, empastando pesos iguales de uno y otro con la cantidad necesaria de aceite de linaza, también pesada, y aplicándolos uniformemente con un pincel sobre superficies iguales (p. ej., sobre placas de cristal, de madera o de metal, o sobre una plaquita de mayólica, blanca si se trata de colores obscuros, negra si de colores claros), hasta cubrir bien e igualmente el color del fondo. Pesando el recipiente que contiene el color con el pincel antes y después de la aplicación y teniendo en cuenta la proporción entre aceite y color, se calcula la cantidad de este último que ha sido necesaria para cubrir la superficie dada y se tiene así un índice del poder cubriente del color en examen con respecto al tipo. Claro está que esta prueba da resultados tanto más atendibles cuanto en mayor escala se procede, y por esto es preferible, cuando es posible, practicarla sobre una vasta superficie, p. ej. sobre una pared oportunamente preparada.

Utiles indicaciones sobre el poder cubriente de los colores pueden obtenerse también de la determinación del peso específico (que se lleva

a cabo con el picnómetro), del de la finura (que se hace tamizando, o mejor por agitación con un líquido, sirviéndose por ejemplo del sulfurímetro de Chancel, tomo I, pág. 75) y del examen microscópico. Para una misma clase de color, el poder de cubrir es mayor cuanto menor es el peso específico, mayor la finura, y si la estructura es amorfa y no cristalina.

En algunos colores puede requerirse la propiedad opuesta al poder de cubrir, es decir, la *transparencia*, la cual se reconoce mediante los mismos ensayos indicados para el poder cubriente o mejor extendiendo el color, oportunamente amasado con aceite o con goma, sobre una placa de vidrio, que una vez desecada se apoya sobre una hoja de papel blanco en la que se hayan trazado con tinta china rayas negras bien marcadas. Estas aparecerán tanto más visibles y nítidas cuanto mayor sea la transparencia de la capa superior de color.

3. Estabilidad a la luz y a los agentes atmosféricos.—También se hacen estas pruebas por comparación con un color tipo. La estabilidad a la luz se ensaya ya sobre el color directamente, ya sobre el color amasado con un vehículo (solución gomosa, aceite de linaza, u otro, según los casos) que no tenga acción sobre él (V. n. 7). Una porción del color en examen e igual cantidad del color tipo se esparcen, uno cerca del otro, sobre una tabla o placa de otra materia; en el caso de que se practique la prueba sobre el color amasado como antes se ha dicho, se deja primero desecar en lugar obscuro; luego se exponen los dos ensayos, cubiertos por mitad con una hoja de papel negro y protegidos por una placa de vidrio, a una luz viva (preferentemente la directa del sol), observando de vez en cuando los cambios de tinte que experimenta la parte del color en examen expuesta a la luz, ya cotejándola por la parte abrigada, ya con el color tipo. En algunos casos el cambio es ya perceptible al cabo de uno o algunos días; pero a menudo se necesitan semanas y a veces meses y aun años. En la práctica, en los casos comunes, basta reconocer si el tinte se ha alterado, y en qué medida, al cabo de un tiempo prefijado, como estará prescrito por la práctica para cada color.

Mas inciérto es el grado de estabilidad con respecto a los agentes atmosféricos, porque las causas que pueden influir sobre el color: acción del aire, de la humedad, de las variaciones de temperatura, etc., son bastante variables. Para tener un criterio de conjunto y aproximado sobre tales acciones, se puede exponer cierta cantidad del color en examen, y una cantidad igual del color tipo, al aire en un local cubierto y poco iluminado, pero que comunique con el aire libre y no esté expuesto a emanaciones gaseosas extrañas, y observar de vez en cuando si el color experimenta cambios, ya con respecto al tipo, ya con respecto al mismo color conservado en un recipiente lleno y perfectamente cerrado.

4. Estabilidad a los agentes químicos. — Las pruebas necesarias para ello pueden variar bastante según la clase de los colores y los usos a que están destinados. Entre las más comunes deben mencionarse las pruebas de estabilidad:

a) *A la cal*; se aplican a los colores que deben servir para la pintura a la cal o al fresco. Si el color mezclado con una papilla de cal apagada no cambia de tono ni se disuelve, es estable a la cal; pero para ser utilizable como color a la cal es además necesario que una vez seco sea también estable a la luz y a los agentes atmosféricos.

b) *A los álcalis*; 1 gr del color en examen se agita con 10 cm^3 de solución normal de hidrato sódico, se abandona por seis horas a la temperatura ordinaria y se observa si el color ha experimentado alteración.

A veces hay que ensayar también la acción del amoníaco gaseoso, lo cual se hace exponiendo en un local cerrado, por un tiempo determinado, el color al aire saturado de amoníaco.

c) *A los ácidos*; ensáyase a veces la acción de soluciones ácidas más o menos diluídas; pero más a menudo se prueba la acción de los vapores ácidos, y particularmente la de algunos gases que fácilmente pueden hallarse en el aire de los locales habitados y de las oficinas, como el hidrógeno sulfurado y el anhídrido sulfuroso; tales gases se hacen actuar, mezclados con el aire, sobre el color colocado en un espacio limitado (por ejemplo en una caja) y se observa de vez en cuando el cambio sufrido por el color.

5. Estabilidad al calor.—Se prueba exponiendo el color a temperaturas diversas, según los casos y usos a que debe servir, y observando ora los cambios de tinte, ora la fusibilidad, volatilidad y las alteraciones que en ciertos casos experimenta. Este ensayo es particularmente importante para colores destinados a usos especiales, como la coloración del lacre, la preparación de barnices al fuego, la pintura sobre vidrio, la decoración de la cerámica, etc., casos en los cuales es también conveniente probar el comportamiento del color, mezclado con las substancias con las cuales deberá prepararse para el uso, a la temperatura a que deberá ser empleado.

6. Comportamiento con respecto a otros colores. — Algunos colores minerales se pueden mezclar entre sí para obtener matices intermedios; en cambio otros no son miscibles, porque entre ellos ocurren reacciones que alteran profundamente sus propiedades y su matiz. Para probar si dos colores son miscibles, se prepara una mezcla íntima en un mortero y (si no ha ocurrido inmediatamente una alteración) se conserva en parte a la luz y en parte en la obscuridad, observando de cuando en cuando si se manifiestan alteraciones. Hay que advertir que a veces éstas no se presentan en seguida o en breve plazo, sino lentamente, y en algún caso hasta al cabo de algunos

años; es entonces conveniente calentar un poco de la mezcla con agua, con lo que de ordinario las mismas reacciones se producen rápidamente.

Con frecuencia es también necesario ensayar la miscibilidad de los colores en presencia de los vehículos con los cuales deben ser empleados; basta a tal fin amasar una porción de la mezcla con el vehículo y extenderla sobre una superficie conveniente, observándola luego de cuando en cuando.

Obsérvese por fin que a veces la alteración de un color en presencia de otro puede ser debida a impurezas (especialmente sales solubles) contenidas en uno de los colores.

7. **Comportamiento con respecto a los vehículos.**—Las substancias con que pueden ser mezclados los colores para prepararlos para el uso son muy variadas; débense mencionar: el agua y las soluciones acuosas de goma, cola, dextrina y a veces de albúmina, azúcares (glucosa), glicerina, la goma tragacanto, el agar-agar, el caseinato de cal; el aceite de linaza y otros aceites secantes, a veces con adición de ceras; los jabones grasos y de resina; la esencia de trementina y otros aceites esenciales, los aceites minerales, de resina y de alquitrán, el alcohol, y las soluciones de resinas y bálsamos.

Para que un color pueda emplearse con determinados vehículos, y por lo tanto pueda servir en determinado género de pintura, es preciso que sea insoluble en los mismos vehículos y no sufra en su contacto alteraciones químicas o cambio de entonación. Para comprobarlo se practican las siguientes pruebas:

a) Se mezcla bien el color con el vehículo en proporciones tales que forme una papilla densa y homogénea, y se observan las alteraciones; además se vierte un poco de la mezcla sobre una hoja de papel secante, y cuando el líquido se ha difundido en el papel se observa si el borde de la mancha formada por el líquido está teñido, lo cual indicaría que el color se había en parte disuelto.

b) Con un pincel se esparce la mezcla sobre una superficie apropiada, se deja secar y se observa de vez en cuando si se manifiestan alteraciones en el tinte.

8. **Comportamiento con respecto al substrato.**—Una acción alterante del material al que está aplicado el color, como papel, tela, madera, piedras, metales, sobre los mismos colores, rara vez ocurre. En cambio hay que tener presente el comportamiento de los colores, preparados con diversos vehículos, con respecto a ese material, en lo que se refiere a la adherencia, a las alteraciones físicas de la superficie, debidas a la desigual dilatación, y otros inconvenientes semejantes, que dependen más a menudo del vehículo y de la preparación de la superficie del substrato que de la naturaleza del color empleado.

9. **Ensayo de estampado.**—Practícase con los colores déstinados

a ser utilizados en el estampado de tejidos, en confrontación con un color tipo, operando como sigue: 25 a 100 gr del color en examen se mezclan cuidadosamente con 25 gr de pasta de blanco de zinc (500 gr de óxido de zinc por litro), 15 gr de agua, 15 gr de glicerina, 15 gr de solución de goma (1000 gr por litro), 150 gr de solución de albúmina (1000 gr por litro) y 3 cm^3 de aceite de olivas. La mezcla se pasa al tamiz y con ella se estampa un pedazo de tela de algodón, que luego se vaporiza por una hora y al fin se lava. Confróntase con el algodón estampado, de igual manera, con el color tipo.

2. Análisis químico

Si el color en examen está preparado para el uso, es preciso ante todo separar y reconocer las substancias (vehículos) con las cuales está mezclado, lo que se lleva a cabo siguiendo los métodos expuestos en el n. 1. En cuanto al examen cualitativo y cuantitativo del color se expondrá en general en los n. 2 y 3.

1. Reconocimiento y separación de los vehículos.—Una porción del color se calcina sobre lámina de platino y se observa si desprende humos, si se carboniza en parte, qué olor despide. Por este último se puede reconocer fácilmente la presencia de cola, de gomas, de grasas, de resinas.

Otra porción del color se trata con agua, se calienta y se filtra; el filtrado se evapora a sequedad, y en el residuo de la evaporación se buscan la cola y la goma.

Otra porción se agita con éter y se filtra; el filtrado se evapora y en el residuo se buscan los aceites grasos, las resinas, la trementina, etc.

Reconocida así la presencia y la naturaleza de las substancias extrañas, éstas se separan del color, en lo posible, mediante disolventes.

Si se trata de substancias solubles en agua, una cantidad pesada del producto se agota en varias veces con agua caliente, filtrando cada vez; por último se lava la porción insoluble, se deseca y se pesa; ésta se halla constituída por el color. Pero hay que tener presente que en algún caso pueden entrar en disolución algunos componentes o impurezas del color, mientras otras veces vestigios de substancias solubles quedan tenazmente retenidos por la parte insoluble.

Si se trata de substancias solubles en éter, como en el caso de los colores al óleo, una cantidad pesada (20-50 gr) del producto se trata, en un matraz tarado, con 200-300 cm^3 de éter, se agita bien, se deja posar y se decanta el líquido etéreo en un filtro tarado, se trata el residuo insoluble que ha quedado en el matraz con más éter, procediendo del mismo modo, y se repite el tratamiento hasta que algunos cm^3 del último líquido etéreo filtrado no dejen residuo por evapo-

ración. Entonces se deja evaporar a la temperatura ordinaria el éter que ha quedado en el matraz, se deseca éste con el filtro a unos 40° y se vuelve a pesar; así se tiene el peso del color.

Pero hay que advertir que éste a menudo retiene pequeñas cantidades de aceites, ora saponificados, ora oxidados, los cuales pueden eliminarse con potasa cáustica alcohólica diluída, en los casos en que ésta no ejerza acción sobre el color, y los ácidos grasos oxidados se pueden extraer con fenol, que los disuelve fácilmente sin actuar sobre los colores minerales. Por otra parte, pequeñas cantidades de ciertos colores pueden pasar a la solución etérea, combinados con los ácidos grasos; pueden separarse agitando el líquido etéreo con un ácido apropiado, en el cual se buscan luego las substancias minerales.

El calor agotado con éter del modo antes descrito debe ser ante todo cuidadosamente mezclado en un mortero antes de examinarlo, porque si se trata de una mezcla, los componentes más densos se depositan en el seno del éter antes que los más ligeros, formando capas de diversa constitución. En algunos casos esto llega a reconocerse por el simple aspecto del depósito, y da útiles indicios acerca de la naturaleza de la mezcla, así sucede en las mezclas de una substancia colorada con un blanco, o bien de dos colores diversos (por ejemplo, amarillo de cromo y azul de Berlín.)

2. Examen cualitativo.—Los colores minerales naturales son en general mezclas de diversos componentes en proporciones variables, mientras los artificiales tienen de ordinario una composición determinada. El análisis cualitativo se verifica para reconocer la composición y por lo tanto la naturaleza del color en examen, y de descubrir las impurezas y las sofisticaciones; a tal fin se pueden seguir los procedimientos generales del análisis inorgánico, o más sencillamente, se pueden ensayar algunas reacciones particulares para cada caso.

Con respecto a las *impurezas*, hay que tener presente que las tierras coloradas pueden contener naturalmente substancias extrañas, y que en los colores artificiales pueden hallarse substancias provenientes de las materias primas o del proceso de fabricación, tratándose de productos para los cuales no se requiere una pureza absoluta, sino sólo que sean técnicamente puros. Pero es necesario que las impurezas en cuestión no sean nocivas para el uso a que el color está destinado.

En cuanto a las *sofisticaciones*, se debe buscar si un color está substituído por otros colores menos costosos o mezclado con ellos, o con substancias aptas para aumentar el peso, o por fin con pequeña cantidad de otros colores que mejoran o avivan el matiz.

Con este último objeto se agregan a veces colores minerales (por ejemplo, a un blanco que tenga cierta tendencia al amarillento se le puede agregar una mínima cantidad de un azul para hacerlo aparecer blanco puro), y más a menudo colores orgánicos artificiales, los

cuales, aun en pequeña cantidad, dan tintes muy vivos; pero son poco estables y se alteran más o menos con el tiempo. Por lo tanto, conviene mucho reconocer su presencia, lo cual se logra del modo siguiente: diversas porciones del color en examen se tratan con agua, con alcohol, con éter; se calienta algo y se filtra. Si alguno de los líquidos filtrados está teñido, indicará la presencia de un color orgánico artificial, que se podrá identificar mediante las pruebas descritas más adelante para tales colores.

Algunos colores orgánicos artificiales en forma de lacas pueden ser insolubles en los disolventes mencionados; en tales casos se pueden reconocer previa descomposición de la laca con álcalis o con ácidos.

3. Análisis cuantitativo.—Comprende este análisis las determinaciones de los componentes esenciales, de los que dependen la pureza y el valor de los colores, y a veces las determinaciones de algunas substancias presentes como impurezas o como sofisticaciones.

Para los diversos colores en particular se indican a continuación las determinaciones que interesa realizar y los métodos que hay que seguir.

PARTE ESPECIAL

Colores blancos

Las substancias minerales que principalmente se usan como colores blancos son: el *Carbonato de plomo* (*Cerusa* o *Albayalde*), el *Sulfato de plomo*, el *Oxido de zinc* (*Blanco de zinc*), el *Sulfuro de zinc* mezclado con *Sulfato de bario* (*Litopón*), obtenidos artificialmente; el *Sulfato de bario* artificial (*Blanco fijo*) o natural, el *Carbonato de calcio* (*Creta*) natural o artificial, el *Sulfato de calcio* natural (*Yeso*) o artificial.

Más raramente se usan como colores blancos otras substancias, como el subnitrato de bismuto, el óxido y el oxicloruro de antimonio. Muchas otras substancias blancas insolubles en el agua podrían servir de modo análogo, como el caolín, el talco, la sílice, la ceniza de huesos, etc.; pero de ordinario no se usan porque son menos apropiadas o menos convenientes que las antes indicadas, o bien se usan a veces para mezclarlas con otros colores.

El examen completo de los colores blancos más importantes se trata en los párrafos que siguen; les precede un esquema de las reacciones que pueden servir para distinguir fácilmente los diversos blancos entre sí (cuando no se trata de mezclas) y para orientarse, por lo

tanto, acerca de la naturaleza de un color blanco, sin seguir el procedimiento general del análisis cualitativo.

TABLA XLII

Esquema sistemático para el reconocimiento de los colores minerales blancos

Con ácido clorhídrico	desprendimiento de gas	anhídrido carbónico	substancia soluble en caliente; por enfriamiento cristaliza el cloruro de plomo—más fácilmente soluble en ácido nítrico—las soluciones ácidas, neutralizadas con sosa cáustica y vueltas a acidificar con ácido acético, dan con cromato potásico precipitado amarillo — la substancia con ácido sulfhídrico o su furo amónico se ennegrece; por encandecimiento se vuelve amarilla . . .	*Albayalde*
			substancia soluble fácilmente en frío; con ácido nítrico ídem; las soluciones dan con amoníaco y oxalato amónico precipitado blanco . . .	*Creta*
		ácido sulfhídrico	substancia sólo parcialmente soluble; la solución filtrada, neutralizada con sosa y reacidificada con ácido acético, da con ácido sulfhídrico precipitado blanco	*Litopón*
	soluble sin desprendimiento de gas		soluble fácilmente en frío; con ácido nítrico ídem—las soluciones ácidas, neutralizadas con sosa y reacidificadas con ácido acético, dan con ácido sulfhídrico precipitado blanco—la substancia es soluble en hidrato sódico; por encandecimiento se vuelve amarilla, y por enfriamiento recobra el color blanco. . . .	*Blanco de zinc*
			soluble en caliente; la solución da con amoníaco y oxalato amónico precipitado blanco; con cloruro de bario precipitado blanco	*Sulfato de calcio*
	insoluble o poco menos; con ácido nítrico ídem		substancia soluble en solución de acetato amónico en caliente; la solución da con cromato de potasio precipitado amarillo.	*Sulfato de plomo*
			substancia insoluble en acetato amónico—calcinada al soplete sobre carbón, tratada luego con ácido clorhídrico, desprende ácido sulfhídrico y da una solución que tiñe la llama de verde	*Sulfato de bario*

ALBAYALDE

Está constituído por un carbonato básico de plomo, cuya composición corresponde aproximadamente a la fórmula $2\,Pb\,CO_3 . Pb(OH)_2$. Puede contener varias impurezas provenientes de su fabricación, especialmente acetato básico de plomo; y puede hallarse sofisticado

con sulfato de bario, sulfato de plomo, blanco de zinc, cenizas de hueso, witherita, yeso, creta, arcilla (caolín). Las mezclas de albayalde con sulfato de bario se distinguen con nombres especiales, como por ejemplo: *Blanco de Venecia* (partes iguales de albayalde y sulfato de bario), *Blanco de Hamburgo* (1 parte de albayalde y 2 partes de sulfato de bario), *Blanco de Holanda* (1 parte de albayalde y 3 partes de sulfato de bario). El albayalde amasado con goma y moldeado en tabletas constituye el *Blanco de Krems*.

El análisis del albayalde comprende, además de los ensayos técnicos (V. Métodos generales), un examen cualitativo para la investigación de las impurezas y sofisticaciones, que se practica como se describe en el n. 1, y algunas determinaciones cuantitativas, que se describen en los números sucesivos.

1. **Examen cualitativo.**—Algunos gramos de substancia se tratan repetidamente con agua hirviente y se filtra: la solución puede contener acetato de plomo o sulfato de calcio (pero si estaban presentes ambos, se forma acetato de calcio, que se disuelve, y sulfato de plomo insoluble). En la misma solución se busca el plomo con ácido sulfhídrico, el calcio (una vez eliminado el plomo) con amoníaco y oxalato amónico, el ácido sulfúrico con cloruro de bario. El ácido acético puede reconocerse en una porción aparte de substancia, humedeciéndola con ácido sulfúrico y algunas gotas de alcohol y calentando ligeramente: en presencia de acetatos se percibe el olor del éter acético.

El residuo insoluble en agua se trata con exceso de ácido nítrico diluído; la solución nítrica, filtrada si fuere preciso, se evapora a sequedad con adición de ácido sulfúrico, se trata con agua, se deja sedimentar el sulfato al plomo formado y se filtra. En el filtrado, neutralizado con sosa y acidificado con ácido acético, se precipita el zinc, si existe, con ácido sulfhídrico, y después de filtrar, se precipita el fosfato de calcio con cloruro amónico y amoníaco, y el calcio, y si existe el bario, con oxalato amónico.

El residuo insoluble en ácido nítrico puede contener sulfato de plomo, sulfato de bario, arcilla (a veces también un poco de sulfato de calcio). El primero se disuelve en caliente en una solución de acetato amónico, y la solución da precipitado amarillo con cromato potásico. El sulfato de calcio se disuelve en ácido clorhídrico diluído en caliente. El sulfato de bario se puede reconocer, una vez reducido al soplete sobre carbón, tratándolo con ácido clorhídrico y observando la coloración verde de la llama. Por fin la arcilla se reconoce fundiendo un poco del residuo con carbonato sódico y tratando con ácido clorhídrico: la sílice se separa y en la solución se encuentra el aluminio.

2. **Determinación del agua higroscópica.**—Unos 10 gr de substancia se desecan a 100° hasta peso constante.

3. Pérdida por calcinación.—Caliéntanse 2-3 gr de substancia en crisol de porcelana sobre una llama al rojo obscuro hasta peso constante. La pérdida de peso representa el anhídrido carbónico más el agua higroscópica y combinada; esta última puede obtenerse por diferencia.

4. Determinación del anhídrido carbónico.—Procédese según uno de los métodos descritos para las calizas (tomo I, pág. 191) usando preferentemente para el ataque ácido nítrico diluído.

5. Determinación de las substancias insolubles.—Trátanse 5 gr de substancia con 40 cm^3 de ácido nítrico puro en caliente, y se diluye con unos 40 cm^3 de agua y se hierve; déjase posar, decántase el líquido límpido en un filtro, recógese la parte insoluble en el filtro, y se lava bien, se deseca a 100°-105°, se calcina y se pesa. El peso del residuo, multiplicado por 20, da el residuo insoluble por ciento de albayalde.

Rara vez hay que determinar cuantitativamente los diversos componentes de ese residuo. Cuando convenga determinar en él el sulfato de plomo, se agota con solución de acetato amónico en caliente, se filtra y se precipita en el filtrado el plomo con ácido sulfhídrico; el sulfato de plomo se disuelve en ácido nítrico, procediendo luego como se describe en el n. 6.

6. Determinación del plomo soluble.—La solución nítrica obtenida en la determinación precedente se diluye junto con las aguas de loción del residuo insoluble, hasta un volumen determinado; tómase una parte alícuota correspondiente aproximadamente a 1 gr de substancia, se trata con 5 cm^3 de ácido sulfúrico diluído y se evapora primero al baño maría, luego al de arena, hasta aparición de los humos de ácido sulfúrico. Después de enfriar se trata con agua, con adición de un poco de alcohol, se deja sedimentar y se filtra, preferentemente en crisol de Gooch tarado; se lava primero con agua adicionada de un poco de alcohol y de 0,5 por 100 de ácido sulfúrico, luego con alcohol diluído, se deseca, se calcina débilmente y se pesa. El peso del sulfato de plomo, multiplicado por 0,68311 da el plomo, o por 0,73589 el PbO contenido en la substancia empleada.

Si el albayalde empleado contenía cantidad sensible de compuestos de calcio, el método descrito es inexacto, porque junto con el plomo precipita una porción de calcio como sulfato. En tal caso antes de evaporar la solución nítrica, hay que tratar con agua y precipitar el plomo como sulfuro; éste se recoge en un filtro, se lava, se redisuelve en ácido nítrico y se procede como se ha descrito antes.

Rara vez hay que determinar en el filtrado de la precipitación del plomo los demás componentes (zinc, calcio, etc.), lo cual se haría por los conocidos métodos del análisis cuantitativo.

7. Determinación del ácido acético.—Una cantidad de substancia bastante grande (hasta 100 gr) se pone en un matraz provisto de

un tubo de embudo hundido hasta casi el fondo, y de otro tubo de desprendimiento enlazado a un refrigerante; viértese por el embudo, poco a poco y agitando, ácido sulfúrico diluído, hasta cesar el desprendimiento de anhídrido carbónico, y se calienta a la ebullición y se destila hasta que el líquido pase neutro. El destilado, después de haberse asegurado de que no contiene ácido sulfúrico (en cuyo caso habría que someterlo a una nueva destilación), se valora con solución de sosa cáustica decinormal; 1 cm^3 de este líquido corresponde a 0,006003 gr de ácido acético.

***

El *Albayalde* de composición normal debería contener teóricamente 86,33 por 100 de PbO, 11,35 de CO_2 y 2,32 de H_2O; los albayaldes del comercio contienen en general 83,5-87 por 100 de PbO, 11-16 de CO_2 y 1-2,5 de H_2O, pero los más apreciados, especialmente por la propiedad de cubrir bien, son los más pobres en carbonato, que contienen 85-77 por 100 de PbO, 11-12 de CO_2 y 2 2,5 de H_2O; los que contienen más de 14 por 100 de CO_2 son en general de mala calidad. La pérdida por calcinación oscila entre 13 y 16 por 100 y en los mejores albayaldes no pasa ordinariamente de 14.

El albayalde no debe estar mezclado con otros colores blancos, ni contener acetato de plomo; según algunos éste puede tolerarse en cantidad correspondiente a no más de 0,2 por 100 de ácido acético.

BLANCO DE ZINC

Está constituído por óxido de zinc, en polvo blanco, ligero, inodoro. Puede contener, como impurezas, carbonato y sulfato de plomo, óxido de hierro, de cadmio, arsénico, y puede hallarse sofisticado con creta, yeso, sulfato de bario, arcilla (caolín). Además de los ensayos técnicos ya descritos (V. Métodos generales), se llevan a cabo en el blanco de zinc las investigaciones y determinaciones siguientes:

1. **Examen cualitativo.**—Humedécese una porción del blanco de zinc en examen con sulfuro amónico: si se tiñe en negruzco, existe plomo y hierro; si en amarillo, existe cadmio o arsénico. La presencia de este último puede comprobarse mejor disolviendo aproximadamente 1 gr de substancia en un poco de ácido clorhídrico concentrado y agregando 5 cm^3 de reactivo de Bettendorf (V. tomo I, pág. 32); en presencia de arsénico el líquido pardea y se obtiene luego un precipitado negro; si no hay arsénico, no debe aparecer coloración alguna ni aun al cabo de una hora.

Otra porción de la substancia se hierve con agua y se filtra; en el filtrado se investiga el ácido sulfúrico con cloruro de bario. Una reacción positiva indica la presencia de sulfato de calcio, o a veces de zinc, que se confirma por el reconocimiento de estos metales en la misma solución acuosa.

El residuo insoluble en agua, o una nueva porción de subs-

tancia, se trata con ácido acético diluído, en el cual el óxido de zinc debe disolverse fácilmente sin desprendimiento de gas. Si hay efervescencia, existen carbonatos (albayalde, creta); si se desprende ácido sulfhídrico, puede existir sulfuro de zinc (litopón). Si queda un residuo insoluble en ácido acético, puede ser debido a los sulfatos de plomo, de bario o de calcio, o a la arcilla, que se reconocerían en la forma indicada para el albayalde (V. Albayalde, n. 1). Por fin la solución acética, tratada con sosa cáustica, debe dar un precipitado blanco del todo soluble en exceso de álcali, y la solución alcalina debe dar con el sulfuro amónico un precipitado blanco.

2. Determinación de la humedad.—Desécanse 5 gr de substancia en estufa a 100° hasta peso constante.

3. Determinación de las substancias insolubles.—Unos 5 gr de substancia se tratan con ácido nítrico diluído (o bien con ácido clorhídrico si no existen carbonato de plomo y sulfato de bario en cantidades sensibles); se filtra, se lava el residuo insoluble, se deseca, se calcina y se pesa.

Si hay que determinar en el mismo residuo el sulfato de plomo, se procede como se ha descrito para el albayalde (V. Albayalde, n. 5).

4. Determinación del plomo soluble.—La solución nítrica obtenida en la determinación precedente se adiciona de un poco de ácido sulfúrico, se evapora al baño maría y después al de arena hasta aparición de los humos de ácido sulfúrico, y una vez frío se trata con agua, procediendo luego, para recoger y pesar el sulfato de plomo, como se ha indicado en Albayalde (V. Albayalde, n. 6). El plomo así hallado es el correspondiente al albayalde contenido en el producto en examen.

5. Determinación del zinc.—El filtrado de la determinación precedente, calentado hasta ebullición para eliminar el alcohol, y acidificado con ácido clorhídrico (o bien, en ausencia de plomo, la solución ácida primitiva, evaporada a sequedad si fuese nítrica, y tratada con agua y ácido clorhídrico), se somete a una corriente de ácido sulfhídrico para precipitar el cadmio y demás metales del segundo grupo que pudieren existir; se filtra, y el filtrado, privado del ácido sulfhídrico por ebullición, se diluye hasta un volumen conocido se toma de él una parte alícuota, se neutraliza con sosa cáustica, se acidifica con ácido acético y se trata de nuevo con ácido sulfhídrico. El precipitado de sulfuro de zinc obtenido se lava con agua sulfhídrica, se deseca, se calcina en crisol de Rose con adición de azufre en corriente de hidrógeno, y se pesa. El peso del Zn S, multiplicado por 0,83507, da el ZnO contenido en la substancia empleada.

* * *

Un *buen blanco de zinc* no ha de contener más de 3 por 100 de humedad, y el resto debe estar formado casi enteramente por óxido de zinc; ha

de contener la menor cantidad posible de carbonato y sulfato de plomo y debe estar exento de cadmio, arsénico, hierro, substancias insolubles.

LITOPÓN

(Albayalde de zinc, Blanco de Griffith)

Es una mezcla de sulfuro de zinc y sulfato de bario que se presenta en forma de polvo finísimo, blanco o ligeramente gris (en las clases bajas). Puede contener, como impurezas debidas a las materias primas empleadas y al método de fabricación, óxido y a veces carbonato de zinc, óxido de hierro o de plomo (raramente), alúmina, cal, magnesia, pequeñas cantidades de carbonato o sulfuro de bario, sales solubles (cloruros, sulfatos); puede estar sofisticado con la adición de sulfato de bario en cantidad excesiva, y además con creta, yeso, arcilla. Su valor no sólo depende de la ausencia de tales impurezas y sofisticaciones, sino también y esencialmente del contenido en sulfuro de zinc.

El análisis del litopón, además de los ensayos técnicos, entre los cuales tiene particular importancia el de la estabilidad a la luz, comprende la investigación cualitativa de las diversas substancias extrañas antes citadas, y las determinaciones descritas a continuación.

1. **Examen cualitativo.**—Una porción de la substancia se trata con agua en caliente, se filtra y se ensaya el filtrado para reconocer si contiene cloruros o sulfatos. El residuo se trata con ácido clorhídrico, en el cual se disuelve parcialmente con desprendimiento de ácido sulfhídrico; en la solución se busca el plomo con el ácido sulfúrico, y una vez separado el precipitado que se hubiere formado, se neutraliza con sosa cáustica, se acidula con ácido acético y se precipita el zinc con ácido sulfhídrico. Luego se filtra, y en el filtrado, una vez expulsado, calentando, el ácido sulfhídrico, se reconocen el hierro, la alúmina, la cal, la barita y la magnesia por los métodos usuales del análisis cualitativo.

La parte insoluble en ácido clorhídrico está formada por sulfato de bario y a veces puede contener arcilla, cuya presencia puede reconocerse previa disgregación por los procedimientos conocidos.

2. **Determinación de la humedad.**—Caliéntanse 5 gr de substancia en estufa a 100°-110° hasta peso constante.

3. **Determinación de las substancias solubles en agua.**—La substancia seca obtenida en la determinación precedente se agita con agua caliente, se filtra con filtro previamente desecado a 100-110° y tarado, se lava bien hasta que las aguas de loción dejan de dar la reacción de los cloruros y de los sulfatos; se deseca a 100°-110° el

residuo insoluble y se pesa. La pérdida de peso, multiplicada por 20, da las substancias solubles por 100 de substancia.

4. **Determinación del zinc total.** —La substancia que queda de la operación precedente se pasa a un matraz tarado de 500 cm^3; agregándole 100 cm^3 de ácido clorhídrico de D=1,12, se calienta a la ebullición hasta que deja de sentirse olor de hidrógeno sulfurado; se enfría, se completa el volumen con agua, se agita y se filtra con filtro seco, tirando las primeras porciones del líquido que pasan. Del filtrado se toman 100 cm^3, correspondientes a 1 gr de substancia primitiva, se agregan 50 cm^3 de agua, algo de cloruro amónico y amoníaco en exceso; se calienta a 60°-70° y se precipita el zinc con sulfuro amónico blanco en ligero exceso. El sulfuro de zinc se deja en reposo por algunas horas; se decanta el líquido en un filtro, pásase luego también el precipitado al filtro, lávase con agua caliente que contenga un poco de sulfuro amónico y se pesa en estado de sulfuro, después de calcinar con azufre en corriente de hidrógeno (V. Blanco de zinc, n. 5). Para determinaciones técnicas, se puede también con suficiente exactitud calcinar el sulfuro al aire libre en crisol de porcelana y pesarlo en estado de óxido.

Si ya en el tratamiento con amoníaco se había obtenido un precipitado en copos (óxido de hierro, alúmina), se disuelve el óxido de zinc pesado, en el ácido clorhídrico diluído; a la solución se agregan cloruro amónico y amoníaco en exceso, se recoge el precipitado, se lava, se vuelve a disolver en ácido clorhídrico y se reprecipita con cloruro amónico y amoníaco, se recoge, se lava, se calcina y se pesa. El peso hallado de óxido de hierro más alúmina se resta del peso del óxido de zinc hallado precedentemente.

5. **Determinación del zinc en estado de óxido.**—5 gr de substancia se introducen en un matraz tarado de 250 cm^3 com 100 cm^3 de ácido acético diluído (50 gr por litro), el cual disuelve en frío solamente el zinc en estado de óxido (y de carbonato); agítase largo tiempo, complétase el volumen en agua, se filtra y en 200 cm^3 del filtrado, correspondientes a 4 gr de substancia, se precipita el zinc en estado de sulfuro del modo expuesto precedentemente. El óxido de zinc así hallado, multiplicado por 25, da el óxido de zinc por 100 de substancia.

6. **Determinación del zinc en estado de sulfuro.**—Calcúlase por diferencia entre los resultados de las dos determinaciones precedentes. Restando del óxido de zinc correspondiente al zinc total (n. 4) el zinc en estado de óxido (n. 5), se tiene el zinc correspondiente al sulfuro, que multiplicado por 1,19749 da el ZnS.

7. **Determinación de las substancias insolubles (sulfato de bario).**—El residuo insoluble en el ácido clorhídrico, que queda de la determinación del zinc total (n. 4), se recoge en un filtro,

se lava, se deseca, se calcina y se pesa. El peso así hallado, si no existen substancias insolubles extrañas, representa el sulfato de bario.

* * *

Un *buen litopón* no debe contener más que vestigios de sales solubles y de impurezas, especialmente de óxido de hierro, y no debe estar adicionado de substancias extrañas; sólo puede contener pequeñas cantidades de óxido de zinc (no más de 2-3 %); la humedad está de ordinario en proporción de 0,2-0,3 %. Pero hállanse productos que contienen muy notables cantidades de óxido, y otras con 1 2 % de humedad.

Las clases más apreciadas de litopón son las más ricas en sulfuro de zinc; distínguense por esto en el comercio diversas marcas según esa riqueza. Las mejores contienen 32-35 % y más de sulfuro de zinc; otras contienen 29-30 %, 25-26 %, 22 23 %, y las más malas 15-16 %. El contenido en sulfato de bario varía, inversamente, entre 60 y 80 % aproximadamente.

INTERCAMBIO Y CANJE REVISTAS BIBLIOTECAS

BLANCO FIJO

(Blanco permanente)

Está constituído por sulfato de bario precipitado, que se halla en el comercio en polvo fino, y más a menudo en estado de pasta húmeda, con 30 % aproximadamente de agua. Sofistícase, aunque raramente, con yeso, creta, arcilla.

Para reconocer el valor técnico del blanco fijo, obsérvase su blancura y su finura, y además se verifica una prueba amasando una pequeña porción del blanco en examen con una solución de cola al 2 %, y embadurnando con la pasta una tira de papel; una vez seca debe quedar sobre el papel una capa blanca, uniforme, adherente, que no se debe desprender por un frote moderado.

El examen químico de este producto se reduce ordinariamente a algún ensayo cualitativo. Trátase una porción con ácido clorhídrico diluído en caliente, y se buscan en el líquido filtrado la cal y el ácido sulfúrico (creta, yeso). Otra porción se trata con ácido sulfúrico concentrado en caliente, o se funde con bisulfito potásico; una vez frío se trata con agua y en la solución se busca la alúmina.

En el producto en pasta puede convenir la determinación de la substancia seca, que se verifica fácilmente lavando una cantidad pesada con agua caliente, calcinando el residuo y pesándolo.

TABLA XLIII

Esquema sistemático para el reconocimiento de los colores minerales rojos y amarillos

Con ácido clorhídrico a la ebullición

- soluble con desprendimiento de cloro; la solución incolora, por enfriamiento cristaliza el cloruro de plomo—parcialmente soluble en ácido nítrico con residuo pardo—la substancia se ennegrece con sulfuro amónico . . . . . *Minio*
- con ácido diluído solución amarilla; con ácido concentrado solución verde y desprendimiento de cloro
  - por enfriamiento cristaliza el cloruro de plomo—soluble en ácido nítrico, solución amarilla—soluble en hidrato sódico en caliente, solución amarilla, con ácido acético reprecipita en amarillo—la substancia se ennegrece con sulfuro amónico . . . . . *Rojos y Amarillos de cromo*
  - por enfriamiento no cristaliza; soluble en ácido nítrico, solución amarilla
    - las soluciones ácidas reprecipitan con amoníaco y dan con ác. sulfúrico precipitado blanco; dan color verde a la llama—substancia insoluble en hidrato sódico . . . . . *Amarillo de barita*
    - las soluciones ácidas no precipitan con amoníaco ni con ácido sulfúrico; neutralizadas con sosa y reacidificadas con ácido acético, dan con ácido sulfhídrico precipitado blanco—substancia soluble en hidrato sódico en caliente. *Amarillo de zinc*
- soluble con desprendimiento de ácido sulfhídrico
  - la solución, diluída, da con ácido sulfhídrico precipitado anaranjado—la substancia con álcalis se vuelve amarillenta y calcinada se ennegrece y desprende humos blancos . . . . . *Cinabrio de antimonio*
  - la solución, diluída, da con ácido sulfhídrico precipitado amarillo—la substancia es insoluble en los álcalis, volviéndose a veces de color más intenso . . . . . *Amarillo de cadmio*
- soluble, a veces incompletamente, sin desprendimiento de gas—con ácido nítrico ídem,—las soluciones ácidas son amarillas y con ferrocianuro potásico dan precipitado azul obscuro—substancia insoluble en hidrato sódico; por calcinación pasa del amarillo al rojo o del rojo al rojo obscuro. . . . . *Colores a base de óxido férrico*
- insoluble o casi insoluble; pasa al anaranjado y luego al blanco; por acción prolongada del ácido concentrado se forma cloruro de plomo—con hidrato sódico la substancia se vuelve anaranjada—calcinada sobre carbón al soplete despide humos blancos y deja un glóbulo metálico frágil . . . . . *Amarillo de Nápoles*
- insoluble e inalterable; lo mismo con ácido nítrico y con hidrato sódico—calcinada se volatiliza completamente y se sublima . . . . . *Cinabrio*

Colores rojos y amarillos

Como colores rojos y amarillos se emplean principalmente: los *Cromatos de plomo* (*Amarillo*, *Anaranjado* y *Rojo de cromo*), *de zinc* (*Amarillo de zinc*), *de bario* (*Amarillo de bario o de ultramar*); diversos productos a base de *Oxido férrico*, *hidratado* (amarillos) o *anhidro* (rojos), ya naturales (*Ocres amarillos y rojos*) ya artificiales (*Amarillo de Marte*, *Minio de hierro*, *Rojo inglés*); el *Oxido rojo de plomo* (*Minio*); el *Sulfuro de mercurio* (*Cinabrio, Bermellón*); el *Oxisulfuro de antimonio* (*Cinabrio de antimonio*); el *Sulfuro de cadmio* (*Amarillo de cadmio*); el *Antimoniato básico de plomo* (*Amarillo de Nápoles*).

Menos a menudo se usan con el mismo fin otras substancias, como los cromatos de estroncio y de calcio, el oxicloruro de plomo (amarillo de Cassel), el protóxido de plomo, los sulfuros de arsénico (oropimente) y de estaño (oro musivo), el nitrito cobáltico potásico (amarillo de cobalto), etc.

Para distinguir entre sí los principales colores rojos y amarillos (cuando no se trata de mezclas complejas) pueden servir las reacciones indicadas en el esquema de la pág. 532; en los párrafos siguientes se trata en particular del examen completo de los más importantes de aquéllos.

AMARILLOS DE CROMO, ROJOS DE CROMO

Son colores a base de cromato de plomo, que presentan todas las gradaciones de tinte entre el amarillo claro y el rojo granate, pero que se pueden referir a tres tipos principales: *Amarillo de cromo*, cromato neutro de plomo; *Anaranjado de plomo*, mezcla de cromato neutro con cromato básico de plomo; *Rojo de cromo*, cromato básico de plomo.

Estos colores se hallan a menudo mezclados en el comercio con sulfato de plomo (especialmente los de tonos claros), yeso, sulfato de bario, creta, caolín.

Su examen, además de las pruebas técnicas (poder cubriente, ensayos de estabilidad, etc.), comprende las siguientes investigaciones y determinaciones:

1. Reconocimiento y determinación de las substancias extrañas. —(Método de Willenz).—Trátase 1 gr de substancia a suave calor con 100 cm^3 de ácido clorhídrico diluído (1 : 20), que disuelve las sales de calcio (yeso, creta); si se produce efervescencia, existen carbonatos (creta); se filtra por decantación, se lava la parte inso-

luble y en el líquido filtrado se determina por los métodos de costumbre la cal, y, si lo hubiese, el ácido sulfúrico.

La porción insoluble en el ácido diluído se hace digerir en frío con 50 cm^3 de una solución de acetato amónico (D=1,04) que disuelve el sulfato de plomo, pudiendo éste determinarse evaporando a sequedad el líquido filtrado y calcinando el residuo con adición de un poco de ácido sulfúrico.

La parte insoluble en el acetato amónico, que contiene el cromato de plomo, sulfato de bario y arcilla, se pone en suspensión en 50 cm^3 de agua, se trata con 25 cm^3 de solución de potasa cáustica (112 gr por litro) y se calienta a la ebullición por 10 minutos; el cromato de plomo se disuelve, el sulfato de bario y la arcilla o caolín quedan sin disolver, y se recogen, calientan y pesan.

2. Determinación del cromato neutro de plomo.—Un método rápido, y que da resultados no rigurosamente exactos pero suficientemente aproximados para la práctica, es el siguiente: 2,154 gr de substancia exactamente pesados se trituran en un mortero con un poco de agua y algunos centímetros cúbicos de ácido clorhídrico de densidad 1,18; viértese todo en un matraz de 200 cm^3, lavando el mortero con agua; agréganse 3 ó 4 gr de yoduro de potasio puro, se agita y se deja en reposo por un cuarto de hora; añádese agua hasta enrase, agítase y abandónase por dos horas. Tómanse con una pipeta 100 cm^3 del líquido límpido y se valoran con hiposulfito sódico decinormal, agregando, cuando el líquido está todavía ligeramente amarillento, engrudo de almidón, y prosiguiendo la adición de hiposulfito hasta la desaparición de la coloración azul. El número de centímetros cúbicos de hiposulfito empleados representa directamente el $PbCrO_4$ por 100 de la substancia en examen.

3. Determinación del óxido de plomo en exceso en los anaranjados y rojos de cromo.—Trátase 1 gr de substancia en frío con ácido acético diluído, que disuelve solamente el óxido de plomo no combinado en forma de cromato neutro; en la solución filtrada se determina el plomo con los métodos ordinarios. O bien, si no existen otras substancias solubles en ácido acético, se recoge la porción insoluble (cromato neutro y otras substancias insolubles extrañas que pueden existir), se lava, se deseca y se pesa; por diferencia se obtiene el óxido de plomo.

ROJO INGLÉS, MINIO DE HIERRO

El *Rojo inglés* está constituído esencialmente por óxido férrico anhidro, en polvo finísimo, de color rojo más o menos intenso. Contiene generalmente pequeñas cantidades de sílice y silicatos, de alúmina, cal, magnesia, y frecuentemente de sulfatos, cloruros, ácido sulfúrico libre; puede contener además manganeso y cobre.

Hállase a menudo en el comercio mezclado con cantidades a veces notables de yeso (*Rojo de Venecia*), de sulfato de bario, de creta; a veces también se reaviva o se modifica el tono con la adición de colores orgánicos artificiales.

Con el nombre de *Minio de hierro* se conoce un producto esencialmente constituído por óxido férrico mezelado con arcilla, y a veces también con arena silícea, que se presenta en polvo fino, pesado, de color rojo intenso; también éste se puede sofisticar con yeso, sulfato de bario, creta, o reforzar con pequeñas cantidades de colores orgánicos artificiales.

El examen de estos productos comprende principalmente los ensayos técnicos relativos al tono y a la intensidad del color y al poder cubriente, que se practican siguiendo los métodos generales ya descritos; a veces se ensaya también la finura (mediante levigación con agua) y se determina el peso específico con el picnómetro (empleando agua hervida).

Por lo que respecta al análisis químico, además de un examen cualitativo sumario, que puede hacerse como se expone a continuación en el n. 1, pueden interesar las determinaciones descritas en los números 2 6, y principalmente la del óxido de hierro. Por fin es importante en estos productos el ensayo de resistencia a los ácidos, que se lleva a cabo como se describe en el n. 7.

1. Examen cualitativo.—Una porción del color se trata con un poco de agua y se ensaya con un papel de tornasol sensible; si el líquido tiene reacción ácida, indicará la presencia de ácido sulfúrico libre. Hiérvese luego con exceso de agua, filtrase y se ensaya el filtrado para reconocer si contiene cal y ácido sulfúrico (yeso) o cloruros.

Otra porción del color, o bien la parte insoluble en agua, se trata con ácido clorhídrico concentrado; si se produce efervescencia, existen carbonatos (creta). Terminada la efervescencia, se calienta largo tiempo, hasta la disolución completa del óxido de hierro, activándola, si fuese preciso, con la adición de ácido nítrico; evapórase a sequedad, trátase con ácido clorhídrico y agua caliente y se filtra. El residuo insoluble se ensaya según los métodos usuales para ver si está constituído solamente por sílice y silicatos o si contiene sulfato de bario.

El líquido ácido filtrado, adicionado de un exceso de cloruro amónico, se trata con amoníaco para precipitar el óxido de hierro, y si existiese, la alúmina; en el precipitado se busca la alúmina como de ordinario. El filtrado se divide en tres partes: en una se busca el cobre con el ferrocianuro después de haberla acidificado con ácido acético; en otra se precipita el manganeso (si está presente) con sulfuro amónico y se buscan luego la cal y la magnesia; en la otra se buscan los sulfatos con el cloruro de bario. El manganeso se descubre mejor

en una porción separada de la substancia con la conocida reacción por la vía seca.

El examen cualitativo se completa con la investigación de los colores orgánicos artificiales, que se lleva a cabo mediante tratamiento con alcohol en caliente, ya solo, ya en presencia de ácido acético o de amoníaco (V. también Métodos generales, pág. 522).

2. **Determinación de las substancias insolubles.**—Se tratan 1-2 gr de color con ácido clorhídrico concentrado, calentando durante mucho tiempo y reponiendo el ácido clorhídrico que se evapora hasta que todo el óxido de hierro quede disuelto. La disolución completa presenta algunas dificultades, especialmente en los productos que han sufrido una fuerte calcinación, y en tal caso se puede acelerar agregando un poco de ácido nítrico o algún cristalito de clorato potásico. Por último se evapora a sequedad, se calienta el residuo en estufa a 110° para insolubilizar la sílice, se trata con ácido clorhídrico y agua caliente, se filtra; el residuo insoluble se recoge en un filtro, se lava, se deseca, se calcina y se pesa.

3. **Determinación del óxido de hierro.**—La solución filtrada, obtenida en la determinación precedente, se diluye con las aguas de loción hasta un volumen conocido (p. ej. 250 cm^3), y una parte alícuota de ella (50 ó 100 cm^3) se precipita con amoníaco en presencia de cloruro amónico; el precipitado se recoge en un filtro y se lava. Si la alúmina está sólo en cantidades despreciables, el precipitado, calcinado y pesado, da el óxido de hierro. En caso contrario, el precipitado lavado, húmedo todavía, se redisuelve en ácido sulfúrico diluído, se diluye con agua hasta 100 cm^3, se toman 10 cm^3 del líquido y se reduce en ellos la sal férrica a ferrosa con zinc para valorar luego con permanganato (V. tomo I, Calizas y margas, pág. 195).

4. **Determinación de la cal.**—Efectúase en una parte alícuota del filtrado de la precipitación del óxido de hierro y de la alúmina, precipitándola con oxalato amónico y procediendo del modo acostumbrado.

5. **Determinación del ácido sulfúrico.**—Realízase también sobre una parte alícuota del filtrado de la precipitación del óxido de hierro y de la alúmina, acidificando con ácido clorhídrico y precipitando con cloruro de bario según el conocido método.

6. **Determinación del cobre.**—En una parte alícuota de la solución clorhídrica obtenida en el n. 2 se reducen las sales férricas mediante adición de hipofosfito sódico; luego se precipita el cobre con ácido sulfhídrico, se redisuelve el precipitado en ácido nítrico y en la solución nítrica se determina el cobre electrolíticamente.

7. **Resistencia a los ácidos.**—1 gr de substancia se hace digerir con un litro de ácido sulfúrico al 1 por 100; se agita de vez en cuando y cada 24 horas se toman algunos centímetros cúbicos del líquido claro y se determina en ellos el hierro disuelto.

* * *

El verdadero *Rojo inglés* no debe contener más que cantidades bastante pequeñas de impurezas (de ordinario no más de 1-2 por 100 de substancias insolubles en los ácidos), y ha de estar constituído esencialmente por óxido de hierro; no ha de contener cobre ni ácido sulfúrico libre. Los productos que contienen sulfato de bario, o bien creta o yeso en cantidad no muy pequeña, deben considerarse como mezclas preparadas expresamente; a veces se hallan en el comercio productos que contienen hasta 80 por 100 de yeso.

El *Minio de hierro* contiene mayor cantidad de sílice y de silicatos; puede contener de 50 a 90 por 100 de óxido de hierro; pero las buenas clases contienen por lo menos 80 por 100; tampoco éste debe hallarse adicionado de substancias extrañas.

Estos colores en general tienen un peso específico tanto más elevado cuanto más calcinados han sido; puede variar entre 3,8 y 4,5, y en los buenos productos es superior a 4,2. La resistencia a los ácidos es también tanto mayor cuanto más avanzada ha sido la calcinación; los buenos productos a los 5 ó 6 días no deben haber cedido más de 1 por 100 de óxido férrico al ácido sulfúrico al 1 por 100. Importa en fin que los colores mencionados no se hayan reforzado con colores orgánicos artificiales.

OCRES

Los ocres amarillos son tierras constituídas esencialmente por arcilla teñida con óxido férrico hidratado; pueden contener arena silícea, carbonato de calcio, pequeña cantidad de óxidos de manganeso; a veces hasta sulfato básico de hierro, sulfatos de calcio y de bario. La creta, el yeso, el espato pesado pueden también haberse añadido fraudulentamente, y al mismo fin el color puede haberse reforzado ya con colores orgánicos artificiales, ya con colores vegetales o con amarillo de cromo.

Los *Ocres rojos*, que se hallan en la naturaleza o más a menudo se obtienen calcinando los amarillos, tienen composición análoga a éstos, y difieren en que el óxido férrico se halla del todo o en parte anhidro.

Un color artificial análogo a los ocres es el *Amarillo de Marte*, constituído por una mezcla de óxido férrico hidratado con sulfato de calcio, alúmina u óxido de zinc; análoga composición tienen los colores que derivan de él mediante cocción más o menos avanzada (*Naranja*, *Rojo*, *Pardo*, *Violeta*, *Púrpura de Marte*).

El examen de los ocres comprende en general, además de los ensayos técnicos, de la finura, del tono e intensidad de color y del poder cubriente, solamente algunos ensayos cualitativos; rara vez precisa proceder al análisis cuantitativo.

1. Examen cualitativo.—Se verifica como se ha descrito para el rojo inglés y para el minio de hierro, por lo que respecta a la rebusca

del sulfato de calcio, de los carbonatos, de la sílice, del sulfato de bario, del óxido de hierro y alúmina, del manganeso, de la cal, de la magnesia, de los sulfatos, de los colores orgánicos artificiales.

En los ocres amarillos se procede además al ensayo de la acción del calor con un tubo de ensayo; el desprendimiento de vapores empireumáticos (si no existen colores orgánicos) demuestra la existencia de substancias húmicas o bituminosas, y la reacción ácida del agua que se condensa indica la presencia de sulfato básico de hierro.

Los ocres amarillos pueden haber sido reforzados no sólo con colores orgánicos artificiales, sino también con colores vegetales o con amarillo de cromo. Esto se reconoce mediante tratamiento con hidrato sódico: de la solución alcalina de los colores vegetales, con adición de sulfato de aluminio, precipitan las lacas correspondientes; la solución alcohólica misma, acidificada con ácido acético, da en presencia de amarillo de cromo un precipitado amarillo.

Algunos ocres contienen arsénico, que se puede reconocer por el conocido método de Marsh.

Para distinguir el amarillo de Marte de los ocres basta el análisis cualitativo, y especialmente el reconocimiento del sulfato de calcio, de la alúmina como tal, del óxido de zinc.

2. **Análisis cuantitativo.**—Redúcese en general a la determinación del óxido de hierro, que se verifica como en el rojo inglés. Rara vez se requiere el análisis completo, para el cual se usarían los métodos ya indicados para las arcillas (tomo I, pág. 197).

***

La *composición de los ocres* es variadísima; pueden ser muy diversos el contenido en óxido de hierro y su grado de hidratación, de los cuales depende esencialmente el tono y la intensidad del color. Este puede tender hacia el pardo (*Ocres pardos*) por la presencia de óxidos de manganeso. Un *buen ocre* no debe contener carbonatos o sulfatos, ni estar adicionado de creta, yeso, sulfato de bario, ni reforzado con otros colores. Los ocres que contienen arsénico no deben emplearse, especialmente en paredes interiores y papeles pintados.

MINIO

Es un óxido de plomo, cuya composición corresponde aproximadamente a la fórmula Pb_3O_4 ($=PbO_2 . 2PbO$). Preséntase en polvo denso, de color rojo escarlata vivo, que puede presentar sin embargo diversas gradaciones de tinte, según el modo de preparación; una variedad de color mucho más claro que el del minio común se llama *Minio anaranjado*.

El minio puede contener diversas impurezas provenientes de las materias primas empleadas para su fabricación, como sales de calcio, óxido de hierro o de cobre; o bien puede hallarse sofisticado

con arcilla, creta, yeso, espato pesado, sulfato de plomo, polvo de ladrillo, ocre y otros colores a base de óxido de hierro, colores orgánicos artificiales.

Las mezclas de minio con otros colores o con substancias blancas, reforzadas con colores orgánicos artificiales (de ordinario eosinas, escarlata de cochinilla, coccina, punzó y otros análogos), o también a veces substancias blancas (sulfato de bario) teñidas con lacas de colores orgánicos artificiales, se hallan a menudo en el comercio como *Imitaciones* o *Sucedáneos del cinabrio y del bermellón*.

Para el examen del minio se procede ante todo de ordinario a algunos ensayos técnicos, siguiendo los métodos generales ya descritos; y particularmente los de la finura, del tono y de la intensidad del color, de la estabilidad a la luz, del comportamiento con respecto a otros colores (óxido de zinc) y a los vehículos (aceite). En cuanto al análisis químico, comprende los ensayos cualitativos indicados a continuación en el n. 1, y algunas determinaciones cuantitativas descritas en los números sucesivos, entre las cuales las más importantes son la determinación de las substancias extrañas insolubles y la del bióxido de plomo.

1. **Análisis cualitativo.**—Trátase el minio con ácido nítrico diluído; si hay efervescencia existen carbonatos; en la solución se precipita el plomo con el hidrógeno sulfurado y en el líquido filtrado se reconocen el zinc, el hierro, la alúmina, la cal, la magnesia, con los métodos ordinarios. El residuo pardo insoluble en el ácido nítrico, se sigue calentando con ácido nítrico agregando una solución de azúcar o agua oxigenada hasta disolución del bióxido de plomo; si queda todavía un residuo insoluble, éste puede contener sulfato de plomo, sulfato de bario, arcilla, que se pueden identificar por los métodos conocidos.

La presencia del yeso se puede comprobar tratando un poco de color repetidamente con agua tibia y buscando en el líquido acuoso la cal y el ácido sulfúrico.

El cobre se reconoce haciendo digerir el minio en amoníaco y filtrando: en presencia del cobre se obtiene un líquido azulado, que acidificado con ácido acético da la conocida reacción con el ferrocianuro potásico.

En fin conviene investigar la presencia de los colores orgánicos artificiales, lo cual se hace de ordinario calentando con alcohol (a veces en presencia de ácidos o de álcalis). Si existen tales colores, se pueden identificar, después de haberlos fijado sobre lana, con las reacciones indicadas en el Cap. Fibras textiles.

2. **Determinación de la humedad.**—Caliéntanse 5 gr de substancia a 100°-110° hasta peso constante.

3. **Determinación de las substancias insolubles.**—Caliéntase

1 gr de minio al baño maría con 15-20 cm^3 de ácido nítrico diluído a la mitad, agregando un poco de solución de azúcar o de agua oxigenada hasta que el bióxido de plomo quede disuelto. Luego se diluye con agua y se filtra por filtro tarado, sobre el cual se recoge la parte insoluble y se lava con agua hasta que las aguas de loción dejen de dar la reacción del plomo con solución de ácido sulfhídrico. Por fin se seca el filtro con su contenido a 105°-110° y se pesa.

4. Determinación del plomo total.—Se lleva a cabo en la solución filtrada de la determinación precedente, o en una parte alícuota de la misma, evaporándola con adición de ácido sulfúrico, y procediendo como se ha indicado para la determinación del plomo soluble en el albayalde (V. Albayalde n. 6).

5. Determinación del óxido de plomo y del minio verdadero.—El bióxido de plomo puede determinarse por pesada o volumétricamente; de la cantidad hallada se deduce luego el minio verdadero ($Pb_3 O_4$) contenido en el minio en examen.

a) MÉTODO PONDERAL.—Trátase 1 gr de minio con 30 cm^3 de ácido nítrico diluído a un tercio, y se calienta por un cuarto de hora al baño maría; dilúyese con agua caliente, se deja posar, se decanta el líquido límpido sobre un filtro tarado, se lava la parte insoluble primero por decantación y después sobre el filtro hasta que las aguas de loción dejen de dar la reacción del plomo, se deseca a 105°-110° y se pesa. Así se obtiene el bióxido de plomo más las substancias insolubles; restando el peso de estas últimas (determinado según el n. 3) se obtiene el bióxido de plomo.

b) MÉTODO VOLUMÉTRICO.—Trátase 1 gr de minio con 2,4 gr de yoduro potásico y 30 gr de acetato sódico cristalizado disueltos en un poco de agua; agréganse luego 5 cm^3 de ácido acético glacial, y se agita hasta disolución completa del bióxido de plomo; dilúyese hasta unos 100 cm^3 y en la solución obtenida se determina el yodo separado por medio de una solución valorada de hiposulfito sódico en presencia de engrudo de almidón. De la cantidad de yodo hallada se deduce el bióxido de plomo, sabiendo que a 1 de yodo corresponde 0,94193 de $Pb O_2$.

CÁLCULO DEL MINIO VERDADERO.—Del contenido en bióxido de plomo, hallado por los métodos antes descritos, se puede deducir el contenido en verdadero minio multiplicando por 2,866 el tanto por ciento de bióxido hallado.

* * *

Un *buen minio* no debe estar sofisticado con adición de substancias extrañas, ni reforzado con colores orgánicos. Las buenas clases del comercio contienen de ordinario 1-6 % de materias insolubles, y las mejores a veces menos de 1 %; en ningún caso se puede tolerar más de 10 % de residuo insoluble.

El minio de composición normal ($Pb_3 O_4$), absolutamente puro, debería

contener 34,89% de PbO_2; los productos comerciales, no obstante, contienen de ordinario un exceso de protóxido, y el tanto por ciento de bióxido varía ordinariamente entre 20 y 32, correspondientes a unos 57-92 % de minio verdadero.

CINABRIO, BERMELLÓN

El *Cinabrio* es sulfuro de mercurio obtenido por sublimación; el *Bermellón* es sulfuro de mercurio obtenido por vía húmeda; el primero es de un rojo más o menos subido, el segundo es de un rojo vivo (escarlata).

El cinabrio y el bermellón no contienen de ordinario más que pequeñas cantidades de impurezas, provenientes de las materias primas; el bermellón puede contener también impurezas debidas al modo de preparación, es decir pequeñas cantidades de mercurio metálico, de nitrato de mercurio, de azufre libre. Pero esos productos se sofistican a menudo con óxido de hierro, minio, rojo de cromo, polvo de ladrillo, yeso, espato pesado, arcilla, cloruro de amonio, sangre de drago, carmín, colores orgánicos artificiales. A veces en fin se agregan, para modificar el tono del color, sulfuros de arsénico y de antimonio.

Los ensayos técnicos que pueden convenir para el examen del cinabrio y del bermellón, son especialmente los del tono e intensidad del color, del poder cubriente, de la finura, de la estabilidad a la luz, del comportamiento con respecto a otros colores (albayalde, blanco de zinc); practícanse según las normas ya indicadas en Métodos generales. En cuanto al análisis químico, comprende principalmente las investigaciones y determinaciones descritas a continuación.

1. Determinación y examen del residuo fijo.—Calcínanse 2 gr de substancia en crisol de porcelana, calentando primero débilmente, luego poco a poco hasta el rojo vivo, y se pesa el residuo. Si éste se halla en cantidad sensible, se somete al análisis cualitativo, buscando particularmente el plomo, el hierro, el cromo, los silicatos, los sulfatos de bario y de calcio.

2. Reconocimiento del cloruro amónico.—Lexíviase la substancia con agua, y en el líquido se busca el amoníaco calentándolo con potasa cáustica.

3. Reconocimiento de los colores orgánicos.—Trátase la substancia con alcohol: si éste toma color, indica la presencia de colores orgánicos artificiales o de sangre de drago; esta última se puede descubir también por el olor empireumático especial que despide la substancia al calentarla.

La presencia de carmín se revela humedeciendo un poco de la substancia con amoníaco sobre un papel de filtro: si existe carmín, el papel se tiñe de rojo.

4. Investigación del arsénico y del antimonio.—Caliéntase un

poco de substancia con sosa cáustica, se filtra; el líquido se acidifica con ácido clorhídrico y se hace pasar por él una corriente de hidrógeno sulfurado; si se forma un precipitado amarillo, existe arsénico.

Otra porción de substancia se hace hervir con ácido clorhídrico concentrado, se diluye un poco y se filtra; por el filtrado se hace pasar hidrógeno sulfurado; un precipitado anaranjado indica la presencia de antimonio.

5. Reconocimiento del mercurio libre y del nitrato de mercurio. —En ausencia de compuestos de plomo, se puede reconocer si existe mercurio libre o nitrato de mercurio, agitando el bermellón en examen con ácido nítrico diluído a la mitad, filtrando y tratando el líquido con hidrógeno sulfurado: en presencia de mercurio o nitrato de mercurio, se obtiene un precipitado negro. Pero si existen compuestos de plomo, hay que examinar el precipitado según los métodos ordinarios del análisis cualitativo para reconocer si contiene sulfuro de mercurio.

En ausencia de compuestos de plomo se puede también descubrir el nitrato de mercurio humedeciendo la substancia con sulfuro amónico: aparecerá en caso positivo una mancha parda.

6. Reconocimiento del azufre libre.—Llévase a cabo mediante extracción con sulfuro de carbono y evaporación del disolvente; o bien tratando la substancia con álcali y ensayando la solución con nitroprusiato sódico.

* * *

El *Cinabrio* y el *Bermellón* no deben contener más que mínimas cantidades de substancias extrañas, y no deben dejar más que vestigios de residuo fijo por calcinación; no han de estar reforzados con colores orgánicos. El bermellón, en particular, debe estar exento en lo posible de mercurio libre o nitrato de mercurio, que influyen nocivamente en su estabilidad.

AMARILLO DE CADMIO

Está constituído por sulfuro de cadmio, que se presenta, según las condiciones en que se ha formado, en diversos tonos de color, desde el amarillo de limón al amarillo subido y hasta el anaranjado.

Puede contener, como impurezas o adiciones, otros compuestos de cadmio, compuestos de zinc, azufre libre, y puede hallarse sofisticado además con amarillo de cromo, cinabrio, sulfuro de arsénico, espato pesado, yeso.

Los ensayos técnicos para este color son especialmente los del tono e intensidad, del poder cubriente, de la estabilidad a la luz, del comportamiento con respecto a otros colores. El análisis químico comprende algunos ensayos cualitativos, y a veces la determinación

del sulfuro de cadmio, que se practican como se expone a continuación.

1. Examen cualitativo.—Caliéntase un poco de substancia en tubito de vidrio: el color debe pasar al rojo obscuro y volverse amarillo por enfriamiento; si se vuelve pardo, indica presencia de carbonato u otras sales de cadmio; si se forma en seguida en el tubo un espejo metálico, existe oxalato de cadmio.

Otra porción de substancia se hierve con agua, se filtra, y el filtrado se ensaya con nitrato de plata y con nitrato de bario para ver si existen cloruros o sulfatos solubles.

Se trata un poco de substancia con ácido clorhídrico diluído en caliente; si queda un residuo insoluble, puede contener especialmente sulfato de bario o azufre libre, a veces cinabrio, sulfuro de arsénico, etc. Si la solución clorhídrica tiene color, puede ser debido a la presencia de amarillo de cromo, que se podrá fácilmente identificar. La misma solución da con ácido sulfhídrico un precipitado amarillo; si el líquido filtrado se enturbia por adición de amoníaco y sulfuro amónico, está presente el zinc.

Trátase aún otra porción de substancia con ácido acético, se deja digerir y se filtra; en el filtrado se buscan por los métodos ordinarios el cadmio (presencia de hidrato, carbonato u otros compuestos de cadmio) y el zinc (presencia de óxido o carbonato de zinc).

Por fin se hace digerir un poco de substancia con amoníaco, se filtra, y se acidifica el filtrado con ácido clorhídrico: si éste da un precipitado blanco, existe óxido de zinc; si se tiñe de amarillo, hay arsénico.

2. Determinación del sulfuro de cadmio.—Digiérense 0,5 gr de substancia con ácido acético diluído; se filtra, se lava el residuo insoluble y se trata con ácido clorhídrico diluído. La solución clorhídrica, convenientemente filtrada y aun diluída con agua, se somete a una corriente de hidrógeno sulfurado; el precipitado de sulfuro de cadmio se recoge, se lava, se trata con ácido sulfúrico diluído en crisol de porcelana y se evapora el exceso de ácido, calentando hasta que dejan de desprenderse humos de ácido sulfúrico, y por último se calcina débilmente y se pesa. El peso del sulfato de cadmio, multiplicado por 0,693, da el CdS.

Colores verdes y azules

Las substancias minerales que sirven como colores azules o verdes son principalmente: el *Ultramar*, compuesto esencialmente de un silicato de aluminio y sodio y de sulfuro de sodio; el *Ferrocianuro férrico* (*Azul de Prusia*) y el *Ferricianuro ferroso* (*Azul de*

TABLA XLIV

Esquema sistemático para el reconocimiento de los colores minerales azules y verdes

Con ácido clorhídrico diluído en caliente

- **completamente soluble**
  - se decolora desprendiendo ácido sulfhídrico; el líquido filtrado da con amoníaco precipitado blanco—la substancia es insoluble en hidrato sódico y no se altera calcinándola . . . . . *Ultramar*
  - solución verde, con exceso de amoníaco se vuelve azul intensa: *verdes y azules a base de cobre*
    - con hidrato sódico la substancia es insoluble y en caliente se ennegrece; calcinada se vuelve negra
      - la substancia con ácido clorhídrico desprende anhídrido carbónico . *Verde y Azul de montaña*
      - la substancia con ácido clorhídrico no desprende anhídrido carbónico . *Verde y Azul de Brema*
    - con hidrato sódico la substancia se vuelve azul, en caliente amarilla y luego roja: encandecida da olor aliáceo, residuo pardo y sublimado blanco: *verdes cuproarsenicales*
      - la substancia con ácido clorhídrico en caliente despide olor de ácido acético . . . *Verde de Schweinfurt*
      - la substancia con ácido clorhídrico en caliente no despide olor de ácido acético . . . *Verde de Scheele*
  - solución rosa, no precipita con cloruro amónico y amoníaco; reacidificada con ácido acético da con nitrito potásico precipitado amarillo—la substancia no cambia con la calcinación . . . . . *Verde de cobalto*
- **soluble en parte**
  - solución amarilla, da con ferrocianuro potásico precipitado azul—la substancia es insoluble en hidrato sódico, y calcinada se vuelve pardo-rojiza . . . . . *Tierra verde*
  - solución amarillo-verdosa, residuo azul; la solución da con nitro y sosa la reacción del cromo; el residuo da las reacciones del azul de Prusia . . . . . *Verdes de cromo mixtos*
- **casi insoluble**
  - en ácido concentrado se disuelve lentamente y difícilmente, dando solución verde—la substancia es insoluble en hidrato sódico, se obscurece al calcinarla, y fundida con nitro y sosa da masa amarilla . . . . . *Verde de cromo*
  - en ácido concentrado se disuelve dando solución verde, luego amarilla; con la dilución reprecipita azul—la substancia con ácido nítrico en caliente se decolora; con hidrato sódico se descompone dando residuo rojo obscuro y solución incolora; acidificando reprecipita azul—calcinada se descompone con residuo pardo . . . . . *Azul de Prusia*
- **insoluble** — así también en ácido nítrico y en hidrato sódico; no se altera por calcinación. . . . . *Azul de cobalto*

Turnbull); los *Carbonatos básicos de cobre* (*Verde* y *Azul de montaña*), el *Hidrato de cobre* (*Verde* y *Azul de Brema*) y el *Arsenito de cobre*, asociado a *Acetato de cobre* (*Verde de Schweinfurt*) o bien solo (*Verde de Scheele*), el *Oxido* y los *Hidratos de cromo* (*Verde de cromo*, *Verde Guignet*), los *Fosfatos básicos de cromo* (*Verde Arnaudon* y otros); el *Aluminato de cobalto* (*Azul de cobalto*); el *Oxido de zinc* combinado con el *Oxido de cobalto*, o *Zincato de cobalto* (*Verde de cobalto* o *de zinc*); la *Tierra verde*, cuyo color es debido a la presencia de silicato ferroso. Empléanse además *verdes mixtos*, es decir formados por la mezcla de un azul y un amarillo; entre ellos los principales (*Verdes de cromo mixtos*) constan de azul de Prusia mezclado con amarillo de cromo (*Cinabrio verde*) o con otros cromatos.

Menos comúnmente se usan como colores otros compuestos de cobre, como el estannato (verde de Gentele), el oxicloruro (verde de Brunswich), el sulfato básico (verde de Casselmann), el acetato básico (cardenillo); el silicato de cobalto y potasio (esmaltina), el estannato de cobalto (cerúleo), el fosfato y el arseniato de cobalto (violetas de cobalto); el manganato de bario (verde de manganeso) y el fosfato de manganeso (violeta de manganeso).

En el esquema de la pág. 544 están indicadas algunas reacciones que sirven para distinguir fácilmente uno de otro los principales azules y verdes (cuando no se trata de mezclas complejas), y en los párrafos que siguen se trata del examen completo de algunos de los más importantes de dichos colores.

ULTRAMAR

Es un compuesto complejo de silicato de aluminio y sodio y de sulfuro de sodio. El ultramar típico y más común es el *Ultramar azul*, que se presenta en forma de polvo finísimo (cristalino al microscopio), de color azul puro, azul rojizo o azul verde, según las proporciones de sus componentes y el modo de preparación; pero también se preparan ultramares de otros tintes, y especialmente el *Ultramar verde* y el *violeta*. El ultramar puede hallarse sofisticado con yeso, creta, arcilla, espato pesado, blanco de zinc, carbonato de magnesio, y también mezclado con glicerina o glucosa.

Sobre el ultramar deben hacerse principalmente algunas pruebas técnicas (n. 1-5) y ensayos cualitativos (n. 6 y 7); pero rara vez hay que proceder al análisis cuantitativo (n. 8).

1. Tono e intensidad colorante.—Compárase el tono de color del ultramar en examen con el de un ultramar tipo, tomando una pizca de uno y otro sobre una hoja de papel blanco, y comprimiéndolos ligeramente con una espátula.

Para tener una medida de la intensidad colorante se prepara una

escala de confrontación formando mezclas íntimas de 1 gr del ultramar tipo con cantidades diversas de una substancia blanca indiferente (caolín), por ejemplo con 10 gr para la intensidad normal, y con 9, 8, 7, 6... gr, o bien con 11, 12, 13, 14... para las intensidades mayores o menores. Luego se prepara una mezcla de 1 gr del ultramar en examen con 10 gr de la misma substancia blanca y se observa a qué término de la escala corresponde.

2. **Finura.**—Se tamiza el ultramar en examen a través de los más finos cedazos, y se observa si deja partículas que no lo atraviesen, y de ser así, si éstas se dejan aplastar fácilmente con el dedo y pasan luego por el cedazo.

Además se agita 1 gr de ultramar con 200 cm^3 de agua, en una probeta de vidrio, y se deja en reposo: el ultramar es tanto más fino cuanto mayor tiempo emplea para sedimentarse, dejando más tiempo el agua azulada por el polvillo que queda en suspensión.

3. **Prueba para colores al óleo.**—1 gr de ultramar se empasta, sobre placa de vidrio, con algunas gotas de un buen aceite de linaza cocido, extiéndese sobre el vidrio y se deja secar; luego se observa el tono del color haciendo una prueba de confrontación con ultramar tipo.

4. **Prueba para colores de impresión.**—En el estampado o impresión, el ultramar úsase especialmente junto con la albúmina. Hay clases de ultramar que provocan fácilmente la putrefacción de la albúmina y que por lo tanto sirven poco para tal uso. Para ensayar el modo de comportarse con respecto a la albúmina, se mezclan 2 gr de ultramar con 2 gr de albúmina y 10 cm^3 de agua caliente, se agita bien y se deja en reposo por 24 horas a una temperatura de 25°-30°; el ultramar es tanto mejor cuanto menos se sienta un olor desagradable después de este tiempo y cuanto menos alterado quede el aspecto de la mezcla.

5. **Resistencia al alumbre.**—Agítanse 0,1 gr de ultramar con 10 cm^3 de una solución de alumbre al 10 por 100. El ultramar es tanto mejor cuanto más tiempo se mantiene su color.

6. **Reconocimiento del azufre libre.**—Caliéntase con cuidado 1 gr aproximadamente de ultramar en un tubito de ensayo; si el ultramar no contiene cantidad sensible de azufre libre, en las partes frías del tubo no se forma depósito de azufre, o si se forma es apenas perceptible.

7. **Reconocimiento de las materias extrañas.**—Hiérvense 1-2 gr de ultramar con ácido clorhídrico y se filtra. El residuo insoluble, si el ultramar es puro, está constituído exclusivamente por sílice, con pequeña cantidad de alúmina y un poco de azufre; si el residuo contiene sulfato de bario o alúmina en notable cantidad, que se buscan según los métodos usuales, el ultramar está sofisticado con espato pesado o arcilla.

La solución debe contener solamente alúmina y sosa si el ultramar es puro; puede contener zinc, cal, magnesia, si está sofisticado con blanco de zinc, yeso, creta, carbonato de magnesio.

La glicerina se descubre calcinando el ultramar, por el olor de acroleína. La glucosa se revela lixiviando con agua y ensayando la solución con el licor de Fehling.

8. Análisis cuantitativo.—Comprende principalmente las determinaciones de los hiposulfitos, sulfatos, cloruros, del azufre total, de la sílice, de la alúmina y de la sosa.

a) HIPOSULFITOS, SULFATOS, CLORUROS.—En un matraz tarado de 500 cm^3 se agitan 10 gr de substancia con agua; se completa el volumen, se deja en reposo por algún tiempo y se filtra.

En 100 cm^3 de filtrado se determinan volumétricamente los *hiposulfitos* (*tiosulfatos*) mediante una solución valorada de yodo, calculándolos como *tiosulfato de sodio* y refiriéndolos a 100 de substancia. (V. también tomo I, pág. 154).

En otros 100 cm^3 del mismo filtrado, acidulados con ácido clorhídrico, se precipitan los *sulfatos* con cloruro de bario, operando del modo usual y pesando el sulfato de bario; calcúlase el resultado como *sulfato de sodio* por 100 de substancia.

En otros 100 cm^3 del filtrado se determinan volumétricamente los *cloruros*, calculándolos como *cloruro de sodio*.

b) SÍLICE Y AZUFRE TOTAL.—Desliese 1 gr de substancia con un poco de agua en una cápsula de porcelana; agréganse poco a poco 1-2 cm^3 de bromo, y al cabo de algún tiempo 15-20 cm^3 de ácido nítrico concentrado; se evapora a sequedad, se trata con ácido clorhídrico y agua y se vuelve a evaporar a sequedad; trátase otra vez con ClH. concentrado, se deja en digestión por algunas horas, se diluye con agua hirviente, se filtra y se lava bien el residuo insoluble con agua caliente. El residuo, calcinado y pesado, representa la sílice (y en algún caso los silicatos no descompuestos y el sulfato de bario si existiesen).

En el líquido filtrado se precipita el ácido sulfúrico con el cloruro de bario, operando como de ordinario; el precipitado de sulfato de bario formado se recoge en un filtro, se lava, se seca, se calcina y se pesa. El peso hallado, multiplicado por 1,13738, da el azufre total contenido en 1 gr de substancia.

c) ALÚMINA Y SOSA.—Trátase 1 gr de substancia con agua y ácido clorhídrico; déjase reaccionar primero en frío, después se calienta, se evapora a sequedad, se trata con ácido clorhídrico y agua caliente, se filtra y se lava el residuo insoluble. En el líquido filtrado, reunido con las aguas de loción, se precipita en caliente la alúmina con amoníaco en ligero exceso; el precipitado se recoge en un filtro y se lava, deseca, calcina y pesa.

El filtrado de la determinación de la albúmina se acidifica con ácido sulfúrico y con un poco de ácido nítrico y se evapora a seque-

dad; el residuo se calcina y se pesa; el peso del sulfato de sodio así hallado, multiplicado por 0,4364, da el óxido de sodio contenido en la substancia empleada.

* * *

Un *buen ultramar* debe estar en polvo muy fino, de color puro e intenso; debe hallarse exento de substancias extrañas y no contener más que vestigios de sales solubles y de azufre libre. Su composición oscila entre límites bastante extensos, y habitualmente entre los siguientes:

Sílice ($Si O_2$).	29-47 por 100.
Alúmina (Al_2O_3)	22-35 »
Oxido de sodio (Na_2O)	15-28 »
Azufre.	5-14 »

La composición media es aproximadamente: sílice 38, alúmina 26, sosa 24, azufre 12 por 100.

El azufre libre puede a veces llegar a 1 por 100 y aun exceder.

AZUL DE PRUSIA, AZUL DE TURNBULL

El primero es un ferrocianuro férrico, el segundo un ferricianuro ferroso. Ambos se presentan en polvo o en masas de color azul obscuro con reflejos rojizos; son tanto más apreciados cuanto más ligeros y esponjosos.

Pueden contener como impurezas pequeñas cantidades de álcalis, de sulfatos y cloruros; sofistícanse a menudo con caolín, espato pesado, yeso, creta, albayalde, blanco de zinc, magnesia, almidón, etc.

Las clases más puras y más apreciadas de azul de Prusia se conocen también con el nombre de *Azul de París*; el *Azul de Berlín* del comercio es generalmente azul de Prusia mezclado con alguna de las precitadas substancias a fin de obtener un color más claro.

Además de los ensayos técnicos, entre los cuales interesan particularmente los de la intensidad colorante, estabilidad a la luz, comportamiento en las mezclas con óxido de zinc, con amarillos, etc., comportamiento con los vehículos (aceite), puede convenir en estos colores un reconocimiento cualitativo de las impurezas y una determinación cuantitativa de la substancia colorante, que se practican como se expone a continuación.

1. Investigación de las impurezas.—Trátanse 2 ó 3 gr. de substancia con sosa cáustica en caliente; dilúyese, fíltrase y lávase la parte insoluble, que luego se disuelve en ácido sulfúrico diluído y caliente; si queda un residuo insoluble podrá contener especialmente sílice o silicatos y sulfato de bario, que se reconocen con los métodos comunes. En la solución alcalina filtrada se buscan los sulfatos y los cloruros.

Por otra parte se tratan unos 2 gr de substancia con 2 gr de

nitrato y 6 gr de sulfato amónico y se calcina débilmente. El residuo se trata con ácido clorhídrico diluído en caliente; quedan sin disolver la sílice, los silicatos, el sulfato de bario y en parte el yeso; en la solución se buscan con los métodos usuales la alúmina, el zinc, la cal, la magnesia, los álcalis.

El almidón puede descubrirse calentando la substancia con agua, filtrando y ensayando el líquido, enfriado, con la tintura de yodo.

2. Determinación cuantitativa de la substancia colorante.—Desliense perfectamente en agua 4 gr del azul en examen y se introducen en un matraz tarado de 200 cm^3; alcalinízase con sosa, hiérvese por algunos instantes, se enfría, se completa el volumen, se agita y se filtra. 50 cm^3 del líquido filtrado (=1 gr de substancia) se acidifican con ácido sulfúrico y se valoran con solución de permanganato potásico que contenga 1,20 gr por litro. Del número n de cm^3 de permanganato empleados se puede deducir directamente el tanto por ciento de substancia colorante en el azul examinado: si se trata de azul de Prusia, con la fórmula

$$\frac{100 \times n}{51,6}$$

y si se trata de azul de Turnbull con la fórmula

$$\frac{100 \times n}{48,8}.$$

VERDES Y AZULES A BASE DE COBRE

Pueden clasificarse en dos grupos, según contengan o no contengan arsénico.

Entre los verdes cuproarsenicales el más importante es el *Verde de Schweinfurt*, constituído por una sal doble de acetato neutro y arsenito de cobre, de la fórmula $Cu\,(C_2\,H_3\,O_2)_2 .\ 3\,Cu\,As_2\,O$. Es un polvo microcristalino, verde, de un tono tanto más subido cuanto más grandes son los cristales que lo componen. Mézclase a menudo con otras substancias, como yeso, creta, caolín, espato pesado, sulfato de plomo, amarillo de cromo, amarillo de zinc, etc., fraudulentamente o para atenuar y modificar el color; algunas de estas mezclas hállanse en el comercio con nombres especiales y variados. Otro verde análogo al anterior, pero mucho menos usado, es el *Verde de Scheele*, arsenito de cobre más o menos básico.

Entre los colores que no contienen arsénico, son los más conocidos el *Verde* y el *Azul de montaña* (carbonatos básicos de cobre), el *Verde* y el *Azul de Brema* (hidratos de cobre); úsanse también, aunque menos comúnmente, verdes a base de acetato básico, sulfato básico, oxicloruro, estannato de cobre, como ya se ha indicado.

Todos estos productos pueden hallarse sofisticados con las acostumbradas substancias blancas extrañas, y las mezclas toman entonces nombres especiales.

El examen de estos productos comprende ante todo las pruebas técnicas relativas a la intensidad, estabilidad, comportamiento en las mezclas; y además un análisis cualitativo para reconocer la naturaleza del producto y las sofisticaciones del mismo, y algunas determinaciones cuantitativas. El examen cualitativo se practica como está indicado en 1; las determinaciones cuantitativas según los n. 2 y 3.

1. **Examen cualitativo.**—Caliéntase un poco de substancia hasta el rojo en un tubo de ensayo; si despide olor aliáceo y se forma un sublimado blanco, existe arsénico; si la substancia se ennegrece sin dar el sublimado ni el olor en cuestión, se trata de colores sin arsénico.

Caliéntase un poco de substancia con solución de hidrato sódico; si se ennegrece sin disolverse, se trata de un color no arsenical; si se vuelve amarilla y después roja, el color es arsenical.

Caliéntase un poco de substancia con ácido clorhídrico o sulfúrico diluído: si despide olor de ácido acético, existe acetato de cobre.

Se trata la substancia con exceso de amoníaco en frío: los colores a base de cobre en general se disuelven dando un líquido azul intenso; si queda residuo insoluble, resulta formado por substancias extrañas, que se reconocen con las conocidas reacciones.

Trátase el color en examen con ácido clorhídrico; si se produce efervescencia existe carbonato de cobre o de calcio; si queda un residuo insoluble, éste puede contener sulfato de bario, yeso (en gran cantidad), sulfato de plomo, arcilla, que pueden identificarse por los métodos usuales. La solución se trata con carbonato amónico en exceso; si se forma un precipitado, se buscan en él especialmente la alúmina, la cal, la magnesia.

Para el reconocimiento de los amarillos a base de cromo, se disuelve el color en examen en el ácido clorhídrico concentrado, se diluye con agua y se agrega ácido sulfúrico; si se produce un precipitado blanco, existe plomo. Al líquido se agrega un poco de alcohol y se calienta a la ebullición; luego se trata con exceso de carbonato amónico, que precipita el cromo en estado de hidrato verde.

2. **Determinación del cobre.**—Disuélvese 1 gr de substancia en el ácido clorhídrico, agrégase un exceso de carbonato amónico, fíltrase y lávase bien la parte insoluble; en el filtrado se precipita el cobre a la ebullición con hidrato sódico, se recoge y se lava el precipitado, se calcina y se pesa en estado de óxido.

3. **Determinación del arsénico.**—Llévase a cabo en el verde de Schweinfurt, que puede contenerlo, además de en estado de arsenito

de cobre, en parte también como anhídrido arsenioso libre, reconocible ya en el examen microscópico por sus formas octaédricas.

Para la determinación se tratan en un vaso, con 25 cm³ de agua, 0,3 gr de substancia finamente pulverizada, y se agrega ácido clorhídrico concentrado, gota a gota, agitando, hasta disolución del color; de ordinario no se necesitan más de 10 gotas. En estas condiciones, si existe anhídrido arsenioso libre en cantidad sensible, queda sin disolver, y se puede recoger en un filtro y lavarlo. Al filtrado se agrega carbonato sódico hasta incipiente precipitación, luego una solución de 2-3 gr de tartrato sodopotásico; dilúyese hasta unos 200 cm³, agréganse unos 5 gr de bicarbonato sódico sólido, y se valora con solución de yodo en presencia de engrudo de almidón: así se obtiene el anhídrido arsenioso combinado.

El anhídrido arsenioso libre, que ha quedado en el filtro, se pasa con agua a un vaso, se hierve con adición de bicarbonato sódico hasta disolución, y se valora a su vez con yodo, obteniendo el anhídrido arsenioso libre.

* * *

El *Verde de Schweinfurt* de composición normal debería contener 31,4 por 100 de óxido de cobre y 58,5 por 100 de anhídrido arsenioso; los productos comercialmente puros contienen de ordinario 27-31 por 100 de óxido de cobre y 50-58 de anhídrido arsenioso combinado. El anhídrido arsenioso libre no debería pasar de 1-2 por 100, pero en ciertas clases puede alcanzar y aun traspasar el 5 por 100.

VERDE DE CROMO

El verdadero *Verde de cromo* está constituído por sesquióxido de cromo; el *Verde Guignet* es el óxido más o menos hidratado. Otros productos análogos, como los *Verdes Arnaudon*, *Plessy*, *Schnitzer*, están formados esencialmente por fosfatos básicos de cromo.

Estos colores pueden estar sofisticados con diversas substancias inertes, o a veces pueden estar reavivados o modificados en su color con otros colores minerales o con colores orgánicos artificiales.

Los ensayos que deben hacerse sobre tales productos consisten principalmente en las pruebas técnicas del tono e intensidad colorante, del poder cubriente, de la estabilidad a la luz, a los agentes atmosféricos, a los agentes químicos, del comportamiento con respecto a otros colores: tales pruebas se practican siguiendo los conocidos métodos generales. En cuanto al análisis químico, se reduce ordinariamente a un examen cualitativo para reconocer las sofisticaciones de que puede haber sido objeto.

Examen cualitativo.—Trátase un poco de substancia con ácido clorhídrico diluído en caliente; el verde de cromo no se disuelve, mientras entran en disolución, a lo menos parcial, algunas de las

materias extrañas qué puede contener, como por ejemplo compuestos de calcio y de magnesio, amarillos a base de cromo y de hierro, verdes a base de cobre; substancias que pueden revelarse en la solución por los métodos habituales.

Otra porción de substancia se funde en crisol de platino con nitro y carbonato sódico, y se disuelve en agua la masa obtenida; si queda un residuo insoluble, éste puede contener especialmente óxido de hierro. La solución se acidifica con ácido clorhídrico y se hace hervir largo tiempo con alcohol; evapórase casi a sequedad, trátase con agua, fíltrase para eliminar la sílice que puede haberse separado, y en el filtrado se buscan los metales, el ácido fosfórico, y a veces el ácido bórico (que puede provenir como impureza del método de fabricación), con los métodos ordinarios del análisis cualitativo.

Para el reconocimiento de los colores orgánicos artificiales, véase Métodos generales.

VERDES DE CROMO MIXTOS

Son mezclas de un amarillo a base de cromo y de un azul, ordinariamente con el azul de Prusia; y conócense a menudo impropiamente con el nombre de *Verde de cromo*. Los más comunes resultan de amarillo de cromo y azul de Prusia, mezclados de ordinario con diversas substancias; tales son el *Cinabrio verde* y análogos. Usanse también a veces mezclas de amarillo de zinc y de azul de Prusia (impropiamente llamados en algún caso *Verdes de zinc*).

Estos colores contienen siempre una notable cantidad de substancias extrañas, ya blancas (yeso, caolín, sulfato de bario, etc.), ya coloradas (ocre, negros); pueden también contener colores de cobre o ultramar.

El examen de estos colores comprende, además de los ensayos técnicos, la investigación de las substancias extrañas, que se lleva a cabo según los métodos usuales (V. también Amarillos de cromo y Azul de Prusia); y a veces las determinaciones del cromato de plomo y del azul de Prusia, que pueden hacerse, con suficiente aproximación, con los métodos a continuación indicados.

1. **Determinación del cromato de plomo.**—Se lleva a cabo procediendo exactamente como se ha descrito para la determinación del cromato de plomo en los amarillos de cromo (V. Amarillos de cromo, n. 2).

2. **Determinación del azul de Prusia.**—En un mortero se deslíen bien con 10 cm^3 de agua y 5 cm^3 de ácido clorhídrico 4 gr de color; agréganse 20 cm^3 de una solución de sulfato ferroso al 20 por 100 y se deja digerir por 10 minutos; luego se agrega un exceso de sosa cáustica, se pasa todo a un matraz de 200 cm^3, lavando bien el mortero con la menor cantidad posible de agua, se calienta hasta casi

ebullición, déjase enfriar, acábase de llenar hasta enrase, agítase, déjase aclarar, tómanse 100 cm^3 del líquido límpido, acidifícanse con ácido sulfúrico y se valoran con solución de permanganato potásico al 1,2 por 1000. Siendo n el número de los centímetros cúbicos de permanganato empleados, el tanto por ciento de azul de Prusia en el color en examen vendrá dado por la fórmula:

$$\frac{n \times 12{,}5}{12{,}9}.$$

* * *

Los *Verdes de cromo mixtos* contienen de ordinario notables cantidades (hasta 80-90 por 100) de substancias inertes; el contenido en cromato de plomo varía en los tipos más comunes entre 3 y 10 por 100 y el del azul de Prusia entre 5 y 20 por 100.

TIERRA VERDE

La *Tierra verde* o *Tierra de Verona* es una arcilla magnesiana teñida de silicato ferroso. Es muy rica en sílice y pobre en alúmina, y contiene de ordinario, además de magnesia, pequeñas cantidades de álcalis y a veces cal y ácido carbónico.

Hállase a menudo reforzada con colores orgánicos artificiales (generalmente verde malaquita y análogos); y a veces también con verdes de cobre; o bien se halla adrede substituída por materias inertes teñidas con colores orgánicos artificiales.

El examen de la tierra verde se reduce ordinariamente a las pruebas técnicas del poder cubriente y de la estabilidad a los agentes atmosféricos y a la cal, y a la investigación de los colores orgánicos artificiales, que se practica como de ordinario mediante tratamiento con alcohol. La presencia de colores de cobre puede reconocerse mediante tratamiento con amoníaco.

Colores pardos, grises y negros

Los más empleados de tales colores son: algunas tierras, como la *Tierra de Siena*, que es un *Ocre pardo*, la *Tierra sombra*, la *Tierra de Colonia* o *de Cassel*; los *Negros a base de carbón*; el *Grafito*, constituído por carbono cristalino más o menos impuro.

Más raramente se usan para el mismo fin otras substancias, como la creta negra y el gris de esquisto, que son esquistos naturales molidos, de color entre negruzco y gris; algunos lignitos carbonosos pulverizados; los negros de lignito y de turba, provenientes de la carbonización de dichas substancias; el negro y el pardo de Prusia,

formados respectivamente por carbón y hierro metálico y por carbón y óxido de hierro. Deben en fin mencionarse el cromito de cobre (negro de Persoz), el peróxido de manganeso anhidro (negro de manganeso) e hidratado (pardo o bistro de manganeso), el peróxido de plomo, el ferrocianuro de cobre (pardo de Florencia) y los grises de zinc, que pueden estar constituídos por minerales de zinc pulverizados, o por el llamado polvo de zinc, o por óxido de zinc mezclado con carbón.

Las reacciones indicadas en el esquema de la Tabla XLV pueden servir para distinguir entre sí los más importantes colores pardos y negros, de los cuales se trata luego particularmente en los

TABLA XLV

Esquema sistemático para el reconocimiento de los colores minerales pardos y negros

La substancia encandecida al aire

- **arde**
  - ardiendo no deja cenizas . . — *Negro de humo*
  - no despide olor bituminoso; la substancia queda negra con ácido clorhídrico y con hidrato sódico
    - deja poca ceniza blanquecina o grísea, alcalina, soluble en gran parte en el ácido clorhídrico . . . . . — *Negros vegetales*
    - deja mucha ceniza gris o rojiza, casi insoluble en el ácido clorhídrico . . . . — *Negro de esquisto*
    - deja abundantisima ceniza blanca soluble en ácido clorhídrico . . . . . — *Negro animal*
  - despide olor bituminoso y deja escasa ceniza poco colorada—la substancia es casi insoluble en ácido clorhídrico; parcialmente soluble en hidrato sódico, dando líquido pardo obscuro . . . . — *Tierra de Colonia*
- **no arde**
  - desprende agua y se vuelve pardo-rojiza—la substancia fundida con nitro y sosa da una masa verde subido — la substancia es parcialmente soluble en ácido clorhídrico dando solución amarilla que con ferrocianuro potásico da precipitado azul; casi insoluble en hidrato sódico hirviente dando líquido amarillo obscuro . . . . . — *Tierra sombra*
  - pasa del pardo amarillento al rojizo—fundida con nitro y sosa da masa verde más o menos obscura—la substancia con ácido clorhídrico se comporta como la precedente; insoluble en hidrato sódico. . . . . — *Tierra de Siena*
  - queda pardo-rojiza o varía poco; fundida con nitro y sosa da masa verde; con ácido clorhídrico y con hidrato sódico como la precedente. . . . . — *Tierra sombra y de Siena calcinadas*
  - queda negruzca e inalterada; el color no se altera con ácido clorhídrico ni con hidrato sódico. . . . . — *Grafito*

siguientes párrafos. Para el examen de la tierra de Siena, que en estado natural puede presentarse en las diversas gradaciones de color comprendidas entre el amarillo y el amarillo obscuro y el pardo obscuro, véase Ocre.

TIERRA SOMBRA

Es una variedad de ocre que contiene fuerte proporción de óxido hidratado de hierro y de óxidos de manganeso, y además pequeña cantidad de substancias húmicas.

En estado *natural* se presenta en terrones o en polvo de color castaño más o menos subido, ricos en humedad; se encuentra también en el comercio lixiviada y *seca,* en cuyo caso contiene menos agua. Usase también la tierra sombra *calcinada*, que es de color moreno rojizo o moreno claro, y está privada de las substancias húmicas y de la mayor parte del agua.

Sobre la tierra sombra se verifican, de ordinario, solamente los ensayos técnicos referentes a la finura, al poder cubriente, etc., y algunas pruebas químicas, como las descritas a continuación en los números 1-4, que sirven principalmente para distinguir la tierra sombra natural de la calcinada. Cuando convenga el análisis completo, se hará según los métodos ya indicados para las arcillas (tomo I, pág. 197).

1. **Determinación del agua higroscópica.**—En una cápsula de platino se desecan 5 gr de substancia en estufa a 100°-105° hasta peso constante: la pérdida de peso representa el agua higroscópica.

2. **Determinación de la pérdida por calcinación.**—El residuo de la determinación precedente se calcina fuertemente en una mufla al rojo; la nueva pérdida de peso representa el agua de combinación y además las substancias orgánicas y el anhídrido carbónico del poco carbonato de calcio que pudiere contener.

3. **Ensayo con la potasa.**—Una pequeña cantidad de substancia se hace hervir con solución de potasa cáustica al 20 por 100 aproximadamente: si el líquido se tiñe más o menos de amarillo obscuro, existen substancias húmicas (tierra sombra natural o seca); si el líquido queda incoloro, no hay substancias húmicas (tierra sombra calcinada).

4. **Ensayo con el bióxido de plomo.**—Trátase un poco de substancia con ácido nítrico y bióxido de plomo y se hace hervir por algunos instantes; después del reposo, el líquido aparece teñido de rojo, por la presencia de manganeso; pero con la tierra natural la coloración es muy ligera, y con la calcinada es mucho más intensa. Conviene verificar este ensayo en confrontación con productos típicos.

* * *

Las *Tierras sombra naturales* contienen cantidades muy variables de agua higroscópica (hasta más de 20 por 100) y dan una *pérdida por calcinación* que ordinariamente oscila entre 7 y 11 por 100. Las tierras *secas* contienen mucha menos agua higroscópica (aproximadamente 6 por 100), pero conservan toda el agua combinada, y dan por lo tanto la misma pérdida por calcinación que las naturales. Las tierras *calcinadas* contienen poca agua higroscópica (generalmente menos de 5 por 100) y dan 3-4 por 100 de pérdida por calcinación. En general puede decirse que cuando una tierra sombra da menos de 5 por 100 de pérdida por calcinación, es calcinada, independientemente del agua higroscópica, que puede hallarse en notables cantidades aun en las tierras quemadas, si éstas, después de la calcinación, se guardaron en locales húmedos.

Además del agua, la tierra sombra natural puede contener hasta 10 por 100 de *substancias orgánicas*; en cuanto a los componentes minerales, pueden variar entre límites bastante extensos, que son aproximadamente los siguientes: sílice 4-30 por 100; alúmina 3-13; óxido de hierro 22-52; óxidos de manganeso 7-20. Puede contener además pequeñas cantidades de carbonato de calcio y a veces de sulfato de calcio.

TIERRA DE COLONIA

Es una especie de turba terrosa, molida y convenientemente depurada; está compuesta principalmente de substancias húmicas y carbonosas. Preséntase en forma de polvo pardo, ligero, que calentado al aire arde con cierta facilidad, sin llama y despidiendo olor bituminoso. Puede estar mezclada con ocre, tierra sombra, óxido de hierro; tales mezclas (*Tierras de Colonia preparadas*) se hallan en el comercio bajo diversos nombres.

El examen de la tierra de Colonia comprende, además de los ensayos técnicos ordinarios algunas investigaciones químicas, indicadas a continuación, que sirven principalmente para reconocer si la tierra de Colonia es pura o si está mezclada con las substancias antes mencionadas.

1. **Determinación de las cenizas.**—5 gr de substancia se queman cautamente en cápsula de platino y se calcinan en la mufla al rojo; el residuo se pesa y se observa su color.

2. **Ensayo con el ácido clorhídrico.**—Una pequeña cantidad de substancia se hace hervir con ácido clorhídrico y se filtra; si el líquido filtrado es amarillo se busca el óxido de hierro.

3. **Ensayo con la potasa.**—Una pequeña cantidad de substancia se hace hervir con solución de potasa cáustica al 20 %; se debe disolver en gran parte, dando un líquido pardo obscuro, que neutralizado con ácido clorhídrico, dé un precipitado de copos pardos.

* * *

La *Tierra de Colonia*, si está pura, no deja más de 10 % de cenizas, las cuales son blanquecinas, o ligeramente rosadas, y no contienen más

que vestigios de hierro; si las cenizas exceden del límite citado y están teñidas de rojo, el producto está mezclado con tierra sombra, ocre, óxido de hierro.

Además la tierra de Colonia, si es pura, no debe ceder, o debe cederlo en mínima cantidad, óxido de hierro al ácido clorhídrico, y tratada con la potasa cáustica no debe dejar abundante y pesado residuo.

GRAFITO (PLOMBAGINA)

Está constituído por carbono más o menos impuro y mezclado con arena ferruginosa o con arcilla y otros silicatos. Es de color gris plomizo o negruzco, brillante, untuoso al tacto.

Su valor depende principalmente de su contenido en carbono. Este no puede determinarse por combustión directa, sino quemando el grafito en corriente de oxígeno, porque al aire arde con mucha dificultad. Más comúnmente el contenido en carbono se determina, con suficiente aproximación, mezclando íntimamente unos 0,5 gr de grafito finamente pulverizado con 20-30 gr de litargirio, poniendo la mezcla en un crisol de tierra refractaria, cubriéndola con un poco de litargirio y calentando el crisol cerrado en un horno hasta fusión completa; después de enfriar, se extrae el botón de plomo obtenido, se limpia y se pesa: 34,5 partes de plomo corresponden a 1 parte de carbono puro.

* * *

Los *grafitos más puros* contienen hasta 95 % y más de *carbono*; pero las clases usuales contienen ordinariamente 60-80 %, y las más impuras pueden contener hasta menos de 50 %.

COLORES NEGROS A BASE DE CARBÓN

Los negros a base de carbón son principalmente: el *Negro de humo*, que según las materias primas de que ha sido obtenido y según el modo de preparación se distingue en *Negro de resina*, *de alquitrán*, *Negro de lámpara*, *Negro de acetileno*; el *Negro de esquisto*, obtenido de los esquistos bituminosos; el *Negro de lignito* y el *Negro de turba*; los *Negros vegetales*, que toman diversos nombres según las materias primas de que provienen, como *Negro de carbón*, *de vid* o *de sarmientos*; *de melocotón* o *de huesos de frutos*, *de corcho*, *de bonetero*; los *Negros animales*, entre los cuales el principal es el *Negro de huesos*, figurando además el *Negro de marfil*, el *de cuernos*, etc.

También se hallan en el comercio productos formados por mezclas de los mencionados negros entre sí y con materias inertes, que toman a veces nombres especiales.

El examen de los negros comprende algunos ensayos técnicos y físicos, indicados en los n. 1-3; e investigaciones y determinaciones

químicas, descritas en los n. 4-7 y que tienen por objeto, ora distinguir entre sí los distintos productos (como especialmente la determinación y el examen de las cenizas), ora reconocer su pureza y su valor.

1. **Tono e intensidad del color.**—Determínanse de las maneras expuestas en Métodos generales, advirtiendo que, en cuanto al tono, se debe particularmente observar si el color en examen es de un negro puro o bien si tiende más o menos al pardo, al rojizo, al verdoso, etc.; y en cuanto a la intensidad, conviene examinar los negros siempre en confrontación con un negro tipo, no sólo respecto al comportamiento en su mezcla con un blanco, sino también en sus mezclas con otros colores claros.

2. **Poder cubriente.**—Determínase amasando 5 gr de negro con 10 gr de espíritu y 100 gr de solución de goma al 10 %; en la mezcla se moja un pincel seco, se pesa, y se pinta con él una hoja de papel de escribir blanco, dividida en centímetros cuadrados; se pesa nuevamente el pincel y se cuenta el número de los cuadrados pintados; así se sabe el peso de color empleado para cubrir cierto número de centímetros cuadrados de papel, y se compara con el de un negro tipo empleado en las mismas condiciones.

3. **Determinación del peso específico.**—Se verifica especialmente en el negro de humo, con el picnómetro, a 15° C, usando como líquido alcohol de 95° por lo menos.

4. **Reconocimiento y determinación de las substancias empireumáticas.**—El negro de humo y los demás negros, no bien calcinados, pueden contener substancias empireumáticas o alquitranosas que alteran el tono de su color.

Para descubrir su presencia, se humedece un poco del negro con alcohol o benzol sobre una hoja de papel blanco, se mezcla algo con la punta de un dedo y se deja secar; luego se separa el polvo negro y se observa si por el otro lado del papel aparece una mancha. En presencia de substancias empireumáticas queda una mancha entre amarilla y parda.

Esas substancias se pueden también determinar lixiviando 2-5 gr de negro con benzol, hasta que el líquido pasa incoloro, y volviendo a pesar el residuo; o mejor, se determinan como substancias volátiles (V. más adelante).

5. **Determinación de las substancias volátiles.**—Éstas comprenden la humedad y las substancias empireumáticas o alquitranosas. La humedad se puede determinar aparte, secando el negro a 100°. Las substancias volátiles totales se determinan pesando en un crisol de porcelana provisto de tapa agujereada 2-5 gr de negro, comprimiéndolo, y calcinándolo en lentísima corriente de hidrógeno, hasta que la llama del hidrógeno deje de ser luminosa. La pérdida de peso da las substancias volátiles.

6. Determinación y examen de las cenizas.—5 gr de negro, en una cápsula plana de porcelana, se calcinan en mufla al rojo, hasta que todas las partículas carbonosas hayan desaparecido, y se pesa el residuo.

Obsérvase luego el color de las cenizas, se prueba si son solubles en ácido clorhídrico y se procede, si conviene, a un análisis cualitativo, observando si son neutras o alcalinas, y determinando sobre todo la sílice, la alúmina, el óxido de hierro, la cal la magnesia, los álcalis, los fosfatos, los carbonatos, los sulfatos, los cloruros.

Es raro que haya que hacer sobre las cenizas algunas determinaciones cuantitativas, como la de la sílice y de la alúmina en los negros minerales; de la cal, de los álcalis y de los fosfatos en los negros vegetales, del fosfato de calcio en los negros animales.

7. Otras investigaciones.—A veces se agrega a los negros y especialmente al negro de humo una pequeña cantidad de azul de Prusia para corregir su tono que tiende al pardo rojizo. Descúbrese esta adición haciendo hervir el negro sospechoso con álcali; filtrando y tratando el filtrado, después de haberlo acidificado, con cloruro férrico, que dará un precipitado azul.

Los negros de hueso recién preparados y no lavados contienen pequeñas cantidades de cianuro de calcio, que pueden descubrirse extrayendo unos 200 gr de negro con agua fría y evaporando el filtrado hasta pequeñísimo volumen con adición de algunas gotas de sulfuro amónico; se forma sulfocianato de calcio, reconocible por la reacción del cloruro férrico.

***

La naturaleza de un negro y sus sofisticaciones, pueden reconocerse especialmente por la cantidad y calidad de sus cenizas.

El *Negro de humo* no deja en general más que indicios de cenizas. Contiene a menudo substancias empireumáticas, las cuales de ordinario están en pequeña cantidad, pero a veces, en los productos no bien calcinados, pueden llegar a 10-15 % y aun a más. Las diversas clases de negro de humo se distinguen además entre sí por el peso específico, que en el negro de resina no suele pasar de 1,70, mientras en los negros de lámpara y de acetileno traspasa siempre este límite y a veces llega y aun excede de 2.

El *Negro de esquisto* deja siempre más de 50 % y a veces más de 60 % de cenizas, y éstas son de color gris obscuro, a veces con tendencia al rojizo, casi insolubles en el ácido clorhídrico, y constituídas por silicato de aluminio con cantidades mayores o menores de hierro.

Los *Negros de lignito* dejan pocas cenizas, amarillentas, solubles sólo parcialmente en el ácido clorhídrico y constituídas por silicato de aluminio con cantidades notables de hierro y de sulfato de calcio; análogas son las cenizas de los negros de turba, las cuales, no obstante, suelen contener también pequeña cantidad de ácido fosfórico.

Los *Negros vegetales* dejan pocas cenizas (de ordinario no más de 4-5 %), gris claras, alcalinas, solubles en gran parte en el ácido clorhídrico, y

cuyos componentes principales son la cal, la magnesia, la potasa y el ácido fosfórico.

Por fin el *Negro de huesos* deja alrededor de 80 % de cenizas, blancas, casi totalmente solubles en el ácido clorhídrico, y formadas en gran parte por fosfato de calcio, con pequeña cantidad de carbonato de calcio y con vestigios de sílice, yeso, óxido de hierro, magnesia, álcalis.

Colores metálicos

Estos colores, llamados también *Colores bronce*, están generalmente constituídos por polvos finísimos de metales o de aleaciones metálicas, a veces parcialmente oxidados o sulfurados para comunicarles determinados tonos de color. Los metales que principalmente se emplean a tal fin, además del oro y de la plata, son: el cobre, sus aleaciones con el zinc y con el estaño (latones, similor, bronces), el argentán, el estaño y sus aleaciones con el plomo y con el antimonio, el aluminio, y a veces el antimonio.

Los colores metálicos pueden a veces estar mezclados con substancias adhesivas, o contener substancias grasas, y se hallan a menudo reforzados con colores orgánicos artificiales.

Además de los polvos metálicos, se emplean a veces con el mismo fin ciertos compuestos metálicos, como el sulfuro estánnico (oro musivo), el sulfuro de antimonio (bronce de hierro), algunos compuestos oxigenados del tungsteno (bronces de tungsteno).

El examen de los colores metálicos se reduce de ordinario a algún ensayo técnico (poder cubriente, pruebas de impresión) y a las investigaciones cualitativas (de la goma, de las substancias grasas, de los colores orgánicos artificiales, de los diversos metales), que se llevan a cabo según los métodos usuales. Rara vez conviene la determinación de los diversos metales, que se hará según los métodos descritos en el Cap. Metales (tomo I).

Lacas

Son colores formados por una materia colorante orgánica fijada sobre una substancia (*base*) generalmente mineral.

La materia colorante puede ser un color orgánico artificial, o bien un colorante vegetal (extractos de maderas o de otras partes de plantas tintóreas, índigo), o animal (cochinilla); también se preparan lacas con mezclas de varias materias colorantes.

La base es en los casos más comunes un hidrato metálico (de aluminio, de estaño, de plomo, de zinc, menos comúnmente de cromo, de hierro, de cobre, de antimonio), al cual el colorante (si es de natu-

raleza ácida) está unido por una verdadera combinación química; a veces se preparan también (con los colorantes básicos) lacas al tanino. En otras lacas la base es una substancia inerte (sulfato de bario, alúmina y sílice precipitadas, creta, yeso, caolín, etc.) a la cual la materia colorante está fijada por simple absorción mecánica. También las lacas de la primera clase pueden estar mezcladas, ora fraudulentamente, ora para atenuar el tinte, con materias inertes.

El examen de las lacas comprende ensayos técnicos encaminados a reconocer si son apropiadas para los usos a que deben destinarse, y un análisis químico, de ordinario sólo cualitativo, que tiene por fin reconocer la naturaleza de la substancia colorante y de la base de que la laca está formada.

1. Ensayos técnicos.—Pueden ser diversos según los usos a que la laca está destinada.

En todos los casos interesan los ensayos del *tono* e *intensidad* del color y de la *estabilidad a la luz*, que se practican por los métodos ya indicados para los otros colores (V. Métodos generales).

En las lacas para colores litográficos y de imprenta y en las destinadas a la pintura, interesa la prueba del *poder cubriente* (o en ciertos casos de la *transparencia*), que se efectúa según los métodos generales ya descritos, y particularmente observando si a través del color convenientemente empastado, extendido en capa de espesor uniforme y desecado, quedan más o menos visibles las rayas negras trazadas sobre papel blanco.

En las lacas para litografía e imprenta y en las destinadas a papeles pintados, hay que determinar la *estabilidad al agua*. A tal fin, en el primer caso se amasa un poco de color con un barniz litográfico, se trazan signos sobre un papel blanco y se deja secar; luego se sumerge el papel en agua fría o se cubre con papel de filtro mojado, dejándolo por 1-2 horas: si transcurrido este tiempo el agua o el papel de filtro se ha teñido, la laca no es resistente al agua. En el segundo caso, es decir cuando se trata de lacas para papeles pintados, la prueba se lleva a cabo extendiendo un poco de laca amasada con cola sobre un papel grueso, y una vez seca, vertiendo algunas gotas de agua en el envés del papel y dejándolo por unos 15 minutos; luego se quita el exceso de agua con papel secante, se deja secar y se observa si queda en el sitio ocupado por las gotas de agua una mancha de color, indicio de la poca resistencia del color al agua.

Las lacas para litografía e imprenta deben también presentar *resistencia a los barnices al alcohol*, cuando las estampas deben ser cubiertas de tales barnices para protegerlas o para abrillantarlas. Para ensayar las lacas desde tal punto de vista, basta someter una prueba estampada de contornos bien definidos a la acción de algunas gotas de barniz al alcohol, que cubra en parte el diseño y en parte el

fondo blanco. Al cabo de algunos minutos se deja escurrir el exceso de barniz y se hace secar, y se observa si el fondo ha quedado perfectamente blanco y si los contornos del dibujo han quedado bien netos.

En algunos casos es necesario ensayar la *resistencia* de las lacas *a la humedad y al calor*. A tal fin se exponen tiras de papel embadurnadas con la laca en examen convenientemente empastada y desecada, al vapor de agua hirviente por algunos minutos, se dejan de nuevo secar y se observa si el color se ha alterado.

En las lacas para papeles pintados hay que ensayar por fin la *estabilidad a la cal y a los álcalis*, procediendo como se ha descrito en Métodos generales, o más sencillamente humedeciendo con lechada de cal o solución diluída (aproximadamente decinormal) de sosa cáustica el envés de un papel pintado con la laca en examen, y observando una vez seca la mancha si ha habido un cambio de color más o menos visible en el anverso del papel.

2. Reconocimiento de la substancia colorante.—La identificación de las substancias colorantes contenidas en las lacas no es siempre fácil, ya porque a menudo se preparan lacas con mezclas de varios colores, ya porque las propiedades de los colorantes pueden ser modificadas al precipitarlos en forma de laca o bien al separarlos de ésta.

La investigación de los colorantes en las lacas se hace, en lo posible, extrayéndolos y aislándolos mediante disolventes y ensayando las soluciones obtenidas; en parte también ensayando con reactivos la misma laca sin modificar.

Muchas lacas ceden la substancia colorante al alcohol; en tal caso la extracción se verifica calentando repetidamente la laca con alcohol fuerte. La solución alcohólica filtrada se evapora con cuidado, o mejor se diluye hasta un volumen doble con agua y se evapora hasta la eliminación del alcohol; si el colorante es soluble en el agua queda en disolución acuosa; en caso contrario precipita.

Cuando el colorante no entra en disolución en el alcohol, se puede en muchos casos separarlo mediante el ácido clorhídrico diluído, procurando no agregarlo en exceso, y aún emplearlo en cantidad insuficiente para descomponer toda la laca tratada. Cuando el ácido ha actuado en frío por algún tiempo sobre la laca, se diluye con agua y se filtra. A veces se puede también emplear para la extracción del colorante el ácido acético.

El colorante separado de la laca, o su solución, se ensaya según los métodos expuestos más adelante para el reconocimiento de los diversos colores orgánicos, así naturales como artificiales.

En general ceden más o menos completamente el color al alcohol las lacas de los colorantes azoicos (por ejemplo Sudán y análogos), aminoazoicos, indulinas sulfonadas, safraninas, derivados del trifenilmetano, ftaleí-

nas (eosinas y rodaminas con fluorescéncia). Ceden poco, o no ceden color al alcohol, las lacas de colorantes azoicos sulfonados, de derivados sulfonados del trifenilmetano, de colorantes con mordiente, como los del grupo de la alizarina y la mayor parte de los colorantes orgánicos naturales.

3. Reconocimiento de la base.—En un crisol de porcelana se calientan algunos gramos de laca hasta quemar completamente la substancia colorante. Durante el caldeo se observa si se desprenden gases o vapores de olor especial, que si fuere aliáceo indicaría la presencia de arsénico en la laca.

El residuo de la calcinación se trata con ácido clorhídrico, y luego, por los métodos usuales, se analiza la solución y el residuo insoluble, si lo hubiere.

Búscanse especialmente la alúmina, el óxido de zinc, el óxido de estaño, el óxido de plomo, el sulfato de bario, el carbonato de calcio, y además los óxidos de cromo, de hierro, de cobre, de antimonio, los silicatos, el yeso.

* * *

Las *Lacas rojas* más comunes y más importantes son las de cochinilla, de palo rojo, de alizarina (o de rubia) y sus derivados, de colores del trifenilmetano (fucsinas), de safraninas, de eosinas, de colores azoicos de desarrollo y sulfonados; con estos últimos se preparan también *Lacas anaranjadas*.

Entre las *Lacas amarillas* son notables las de palo amarillo, de quercitrón, de granos amarillos, de amarillo natfol, de auramina, de tioflavina, crisoidina, amarillo quinolina, amarillo metanilo y análogos.

Entre las *Lacas azules* hay que mencionar las de índigo y de campeche, de azul de alizarina, de azules básicos del trifenilmetano, de azul metileno. Prepáranse *Lacas violetas* con violeta metilo y productos análogos o con mezclas de azules y rojos.

Las *Lacas verdes* son a base de clorofila, de verde malaquita y otros verdes derivados del trifenilmetano, o bien con mezclas de lacas azules y amarillas.

Fórmanse *Lacas pardas y negras* con campeche y sales de hierro, con catecú, con pardo Bismarck.

Las lacas de colores naturales y las de alizarina figuran entre las más estables y apreciadas. Las lacas de eosinas y las de colores básicos del trifenilmetano tienen una apariencia muy brillante, pero son muy alterables a la luz; más resistentes son las de safranina y las obtenidas de colores azoicos.

COLORES ORGÁNICOS

Las substancias colorantes orgánicas pueden ser *naturales* o *artificiales*.

Las primeras derivan en su mayor parte de las plantas (*colores vegetales*) y pueden estar contenidas en las maderas (por ejemplo *Campeche*, *Palo del Brasil*, *Sándalo rojo*, *Palo amarillo*, *Fustete*),

en las cortezas (*Quercitrón*), en las raíces (*Rubia, Cúrcuma*), en las hojas (*Indigo, Pastel*), en las flores (*Cártamo*), en los frutos (*Granos amarillos, Oriana*), en algunos líquenes (*Orchilla*). Mucho más limitados son los *Colores animales* (*Cochinilla, Quermes*).

Las *substancias colorantes orgánicas artificiales* constituyen la gran categoría de las substancias llamadas también *Colores derivados del alquitrán*, o más brevemente *Colores del alquitrán*.

Hay que advertir que, como es sabido, algunos colores vegetales, como la alizarina (de la rubia) y el índigo, se preparan hoy día artificialmente, y por lo tanto lo mismo pueden figurar entre los colores naturales que entre los orgánicos artificiales.

En los párrafos que siguen se tratará particularmente de los ensayos y de las determinaciones que pueden practicarse sobre los principales colores orgánicos naturales y sobre los artificiales, y entre los primeros se tratará también de algunas materias tánicas (V. además el correspondiente capítulo) que pueden servir como colorantes, como el *catecú* y el *gambir*.

Por lo que se refiere a la identificación de las substancias colorantes sobre las fibras textiles teñidas con ellas, véase el cap. Fibras textiles.

PALOS Y CORTEZAS TINTÓREAS Y SUS EXTRACTOS

Los *Palos* y las *Cortezas tintóreas* se hallan en el comercio ora en trozos o simplemente triturados o pulverizados, ora en forma de *Extractos colorantes*. Estos son decocciones acuosas de las citadas materias primas, y pueden presentarse en forma de *líquidos* más o menos densos, o en *estado seco*, en panes, en fragmentos irregulares o rara vez cristalinos, en polvo; tienen generalmente un color que va del pardo al amarillento, y un sabor dulzaino, poco o nada astringente; arden despidiendo el olor de las substancias vegetales en combustión y dejando pocas cenizas; son solubles más o menos completamente en el agua, y alguna vez también en el alcohol.

Los extractos colorantes pueden ser confundidos o sofisticados con extractos tánicos; además pueden estar adulterados con colores orgánicos artificiales o con diversas substancias inertes, ya orgánicas (melaza, glucosa, dextrina, almidón, cola), ya minerales (sulfato de sodio y otras sales solubles, substancias insolubles).

Para el examen de los palos y de las cortezas tintóreas se trituran estos productos lo más finamente posible, y sobre el polvo obtenido se verifican las determinaciones de la humedad y de las cenizas; luego una porción pesada del mismo polvo se agota con agua caliente, se da a la solución la concentración requerida para cada ensayo y se procede sobre ella a las investigaciones encami-

nadas a identificar el producto, y a las pruebas de tintura para establecer su valor.

Para el examen de los extractos basta disolverlos o diluirlos en el agua; sobre la solución se verifican, además de las pruebas señaladas, las demás que se describen más adelante para descubrir las sofisticaciones, y las indicadas después para los distintos extractos más importantes. En los extractos líquidos interesa también, desde el punto de vista comercial, la determinación del peso específico, que se hace mediante un areómetro, expresando de ordinario el resultado en grados Baumé.

1. Identificación de los extractos colorantes y su distinción de los extractos curtientes.—La naturaleza de un palo tintóreo o de un extracto colorante se reconoce, ya por sus caracteres externos, ya por medio de algunas reacciones, las cuales se practican sobre una decocción acuosa del palo o sobre una solución diluída del extracto, que tenga una concentración aproximada de 0,5 % de substancia seca. Estas reacciones (V. más adelante los artículos dedicados a los distintos extractos) se refieren al comportamiento con los ácidos y con los álcalis y sobre todo con algunas sales metálicas (alumbre, cloruro estannoso, cloruro férrico, etc.), con los cuales las soluciones de los extractos colorantes dan lacas coloradas.

Interesa distinguir los extractos colorantes de los extractos tánicos y reconocer la adición de estos últimos a los primeros. En general los extractos colorantes tienen sabor dulzaino, y los curtientes fuertemente astringente; estos últimos no dan de ordinario lacas diversamente coloradas con las sales metálicas (V. Cap. Productos tánicos). Si a una solución de extracto de la concentración antes indicada se agrega un tercio de su volumen de sulfuro amónico amarillo, se obtiene con los extractos colorantes puros una coloración parda y un ligero precipitado de copos pardo, mientras en presencia de extractos tánicos el color de la solución palidece y se forma un precipitado gríseo lechoso.

Las reacciones antes citadas, sin embargo, especialmente si se trata de mezclas de extractos diversos, no conducen siempre a resultados seguros, y en todo caso deben efectuarse en confrontación con extractos de origen seguro.

Mejor sirven a tal fin las pruebas de tinte con mordientes adecuados (V. más adelante), seguidas del examen de la materia colorante fijada sobre fibra (V. Cap. Fibras textiles).

2. Determinación del agua.—Desécanse 5 gr de substancia (previa evaporación si se trata de un extracto líquido) a 105° hasta peso constante.

3. Determinación y examen de las cenizas.—Pésanse 5-10 gr del extracto en cápsula de platino de 8 a 10 cm de diámetro, que se introduce en estufa de aire, calentando lenta y gradualmente hasta

180° y manteniéndola por 2 horas a esta temperatura. Luego se incinera en mufla con precaución.

En las cenizas de los extractos, especialmente si su cantidad es algo elevada, se buscan las substancias minerales que pueden haberse agregado fraudulentamente, como el sulfato de sodio, el alumbre, el cloruro de sodio, la arcilla, etc. A veces puede convenir la determinación de la alcalinidad de las cenizas solubles (p. ej. para confirmar la presencia de melaza). Esta determinación se practica disolviendo las cenizas con agua hirviente, filtrando y valorando con H_2SO_4 decinormal (indicador metilnaranja). La alcalinidad se expresa como carbonato potásico por ciento de substancia seca (1).

4. Reconocimiento de los colores orgánicos artificiales.—Los extractos colorantes están a veces reforzados con colores orgánicos artificiales. Si éstos no se hallan en cantidad muy exigua ya se pueden sospechar por el olor que despiden cuando se quema el extracto que los contiene. Además las reacciones cromáticas de los extractos colorantes son más o menos alteradas por la presencia de colores artificiales.

Sacudiéndolos con alcohol, éter, benzol, nitrobenzol, etc., los extractos colorantes generalmente no tiñen esos disolventes; en cambio los colores orgánicos artificiales de ordinario se disuelven en alguno de dichos disolventes y por lo tanto los tiñen. Si conviene la extracción puede hacerse también previa acidificación o alcalinización de la substancia.

También se puede reconocer la presencia de colores orgánicos artificiales en los extractos colorantes mediante los ensayos de tintura, y subsiguiente examen de los colorantes así fijados sobre la fibra (V. Cap. Fibras textiles).

5. Reconocimiento de las substancias orgánicas extrañas.—Para descubrir tales substancias se disuelve el extracto en agua, se precipita con acetato básico de plomo y se filtra; si el líquido filtrado tiene poder rotatorio y sin otra preparación o después de haberlo calentado con ácido clorhídrico (inversión), reduce notablemente el licor de Fehling, dedúcese la presencia de glucosa o de azúcar (melaza). Pero hay que advertir que una leve reducción en el líquido no invertido no indica con seguridad la adición de substancias sacáricas, porque los extractos colorantes pueden contener también pequeñas cantidades de substancias reductoras.

Si el líquido obtenido como se ha dicho antes, no conteniendo azúcares, presenta un fuerte poder rotatorio dextrógiro, denotará la existencia de dextrina. Si el mismo líquido, evaporado, deja un

(1) Para los extractos a que se hubieran agregado además de la melaza sales minerales ácidas, la alcalinidad de las cenizas deja de tener valor alguno. En tales casos se deberá recurrir a la determinación ponderal del potasio en las cenizas (SAVINI, trabajo inédito).

residuo que arde con olor de substancias nitrogenadas, será indicio de cola. Esta se puede reconocer también determinando el nitrógeno en el extracto colorante; los extractos puros no contienen generalmente más de 1 % de nitrógeno.

En cuanto al almidón, se puede descubrir con el microscopio, preferentemente sobre el residuo obtenido agotando el extracto con éter y alcohol.

6. Determinación del valor tintóreo.—Se tiene mejor criterio respecto a la calidad y bondad de un extracto colorante practicando *pruebas de tintura* en pequeña escala, en confrontación con un extracto genuino tomado como tipo. Las pruebas de tintura se hacen diversamente para los distintos extractos y también según se quiera aplicar el color al algodón, a la lana, a la seda; las pruebas que se hacen más comúnmente son sobre lana.

Para los modos de proceder a estas pruebas de tintura, véanse los párrafos sobre los diferentes extractos.

1. Extracto de campeche

Preséntase en estado seco, en trozos pardo-negros brillantes, y en estado líquido, de densidad de 10°-30° Bé. También se halla en el comercio el principio activo del campeche (*Hematoxilina*), en polvo de apariencia cristalina, cuya solución al aire se vuelve roja; y algunos productos (*Hemateina*, *Hematina*) constituídos por la misma substancia colorante más o menos pura, en polvo o en trozos de color pardo.

Además de cuanto se ha indicado para los extractos colorantes en general, sobre el extracto de campeche se procede aún a los siguientes ensayos.

1. Examen cualitativo.—La solución acuosa de los extractos de campeche es de color rojo subido si el extracto es neutro, rojo violáceo si es alcalino, amarillento si es ácido (los extractos adicionados de substancias tánicas son siempre ácidos); vira al amarillo rojizo y al amarillo con los ácidos; al rojo violeta y al pardo con los álcalis.

La solución diluída del extracto (a 0,5 % aproximadamente de substancia seca) da, con un volumen igual de solución de cloruro estannoso, un precipitado violeta si se trata de extracto no fermentado, pardo obscuro si de extracto fermentado. La misma solución da con el acetato de cobre un precipitado azul-violáceo; con cloruro férrico un precipitado azul-negruzco; con alumbre y luego carbonato sódico un precipitado violeta. Con cloruro de cal se vuelve primero rojo obscuro y después se decolora.

2. Investigación de los extractos tánicos.—Además de los ensayos descritos para los extractos en general, está indicado, especial-

mente para revelar el extracto de castaño, el siguiente método de Houzeau: 1 gr de extracto desecado a 100° se agota con éter anhidro, y una vez evaporado el disolvente, se pesa la porción extraída por el éter. El residuo ya agotado con el éter se agota con alcohol absoluto y se pesa el extracto alcohólico. Como los extractos de campeche genuinos dan aproximadamente 87 % de extracto etéreo y aproximadamente 14 % de extracto alcohólico, mientras los extractos de castaño no ceden casi nada al éter y dan un extracto alcohólico mucho más abundante, la diminución del extracto etéreo y el aumento del alcohólico serán indicio de la falsificación mencionada. El ensayo puede en tal caso completarse con pruebas de tintura practicadas separadamente con la parte soluble en éter y la soluble en alcohol, de confrontación entre el extracto en examen y un extracto genuino: especialmente la parte soluble en alcohol dará resultados del todo diversos si el extracto en examen está sofisticado.

La prueba cualitativa podrá ser confirmada por una determinación cuantitativa de las substancias tánicas, las cuales se encuentran en cantidades mucho mayores en los extractos tánicos.

3. Reconocimiento de la melaza y de los azúcares.—Procédese del modo indicado sumariamente para los extractos en general en el n. 5, pero más particularmente para el extracto de campeche y más exactamente del siguiente modo (1).

Pésanse 40 gr de extracto flúido o 20 gr de extracto seco, se disuelven en 100 cm^3 de agua hirviente y se pasa todo a un matraz de 200-220 cm^3. Agréganse agitando 50 cm^3 de solución de acetato básico de plomo, añádese agua hasta la señal de 220 cm^3, después de haber dejado enfriar si el líquido estaba todavía caliente, para corregir el volumen de las substancias insolubles. Agítase bien, fíltrase y a 100 cm^3 del filtrado, tomados en un matraz de 150 cm^3, se agrega una solución de fosfato y sulfato sódico hasta precipitación del exceso de plomo. Llénase hasta enrase, agítase y fíltrase. Una parte del líquido se invierte, y tanto sobre éste como sobre la parte no invertida se determina la polarización, de la cual se deduce del modo acostumbrado la sacarosa con la fórmula de Clerget. Si conviene se podrá determinar la glucosa con el líquido de Fehling en otra porción del líquido mencionado.

4. Prueba de tintura.—Para conocer el valor tintóreo real de un extracto de campeche, el ensayo más importante a efectuar es la prueba de tintura sobre lana mordentada al bicromato.

Un pedazo de tejido ligero de lana de 5 gr de peso se mantiene primero, por algunas horas, en una solución de carbonato amónico al 5 por 1000, luego se lava con agua, y húmedo todavía se sumerge en 10 cm^3 de una solución que contenga 8 gr de bicromato potásico y

(1) SAVINI: Trabajo inédito.

2 gr de ácido sulfúrico concentrado por litro, diluídos con suficiente cantidad de agua; caliéntase por media hora aproximadamente a suave ebullición, y luego se deja enfriar al abrigo de la luz; sepárase el tejido del baño, se lava con agua, y sin enjugarlo se sumerge en el baño de tintura. Éste se prepara con 5 gr de extracto que se disuelven en agua caliente (o bien, si se trata de examinar el leño, con 20 gr de leño triturado que se agotan con agua caliente); la solución se filtra por tela, se lava bien el filtro, y el líquido se diluye hasta 1 litro. Según se desee un tinte claro u obscuro, se toman 10 ó 20 cm^3 de la solución de extracto así preparada, se diluyen con una suficiente cantidad de agua, se inmerge en ella el tejido mordentado, se calienta a la ebullición por media hora y se deja enfriar; por fin se extrae el tejido del baño, se lava con agua corriente, y se seca al aire.

La prueba se repite, en idénticas condiciones, con un extracto (o con un leño, si se está examinando un leño) que se toma como tipo. Si la muestra teñida con el extracto en examen resulta más clara que la teñida con el tipo, se repite la prueba empleando mayor cantidad de la solución del extracto en examen; o mejor, se prepara una escala de confrontación empleando, para 5 gr de lana, 20, 18, 16, 14... cm^3 de la solución del extracto tipo, y se observa a qué término de la escala corresponde el tinte obtenido con 20 cm^3 de la solución del producto en ensayo. Luego es fácil calcular el peso del producto en examen que equivale a 100 partes del elegido como tipo.

* * *

Un *buen extracto de campeche* contiene generalmente 40-45 % de agua si es líquido, 9-12 % si es sólido; no debe estar adicionado de substancias extrañas, especialmente azúcar o bajos productos en los extractos secos, melaza en los extractos líquidos. En los extractos genuinos no existe sacarosa, y la alcalinidad de las cenizas oscila entre 0,4 y 0,5 gr por 100 de substancia seca, expresada en carbonato potásico.

2. Extracto de palo rojo

El extracto de palo rojo o del Brasil se presenta en estado seco, en trozos o en masas de color granate, opacas, frágiles, o bien líquido más o menos denso, de color rojo obscuro.

Además de las investigaciones y determinaciones ya indicadas para todos los extractos colorantes, se somete este extracto a los ensayos descritos a continuación.

1. Ensayos cualitativos.—La solución del extracto es amarillo rojiza, más o menos parda; con los ácidos vira al anaranjado y se enturbia levemente; con los álcalis se tiñe en rojo carmesí. En la misma solución el cloruro estannoso produce un precipitado rojo, el cloruro férrico un precipitado pardo rojizo; con alumbre y luego

carbonato sódico se obtiene un precipitado rojo. La solución del extracto es decolorada por el cloruro de cal, y también por el sulfito sódico (a diferencia del sándalo rojo y productos semejantes).

2. Ensayo colorimétrico.—Prepárase una solución de 2 gr de sulfato de cobre puro en 1 litro, y una solución de un extracto tipo (o bien de hematoxilina pura) de concentración tal que contenga 1 gr de substancia seca en un litro; 1 cm^3 de esta segunda solución se diluye con 10 cm^3 de agua, se agrega 1 cm^3 de solución cúprica, se calienta hasta ebullición y luego se diluye con agua hasta 100 cm^3. El líquido así preparado sirve como tipo.

Por otra parte se prepara una solución del extracto en examen que contenga 1 gr de substancia seca en 1 litro de agua, y 1 cm^3 de esta solución se trata con agua y solución cúprica del modo antes descrito. Compárase por fin el color de los dos líquidos, pero antes de que hayan transcurrido 15 minutos desde su preparación.

3. Prueba de tintura.—Se practica de la manera siguiente: Se mordenta la lana haciéndola hervir con 5 % de su peso de bicromato potásico disuelto en agua suficiente (sin adición de $SO_4 H_2$); luego se tiñe con una solución de 5 gr de extracto por litro (o si se trata de examinar la madera, con la decocción obtenida agotando 20 gr de ella y diluyendo hasta un litro), empleando 10 cm^3 por cada gramo de la lana que se haya de teñir y haciendo hervir por media hora. El tinte obtenido se confronta con el obtenido operando de modo semejante con un extracto tipo, con el cual si conviene se prepara una escala de tintes empleando diversas cantidades de la solución para un peso dado de lana, análogamente a cuanto se ha dicho para el extracto de campeche.

Si se desea proceder también a un ensayo de tintura sobre algodón se mordenta éste haciéndolo hervir con una solución de acetato de aluminio al 5 % y exponiéndolo luego por algún tiempo al aire caliente y húmedo; por cada gramo de algodón se emplearán 20 cm^3 de la solución del extracto.

3. Extracto de palo amarillo

En estado seco se presenta en masas amarillo-obscuras, opacas, de brillo ceroso, frágiles; en estado líquido es más o menos denso, de color amarillo obscuro.

Además de a cuanto se ha indicado para los extractos en general, éste se somete a los siguientes ensayos:

1. Ensayos cualitativos.—La solución de este extracto, que es amarilla, por la acción de los ácidos se vuelve más clara y da luego un precipitado amarillo; con los álcalis se vuelve de color más subido y da un precipitado anaranjado obscuro; con cloruro estannoso da un precipitado amarillo, con cloruro férrico un precipitado de un verde

oliva subido, con alumbre y luego algunas gotas de carbonato sódico da un precipitado amarillo claro. Con cloruro de cal primero pardea y después se decolora abandonando un precipitado amarillo obscuro.

2. Prueba de tintura.—Practícase del siguiente modo: Mordéntase la lana con el 10 por 100 de su peso disuelto en agua suficiente, haciendo hervir por tres cuartos de hora y lavando después. La lana así mordentada se tiñe empleando, por cada gramo de lana, 10 cm^3 de solución del extracto colorante que contenga 10 gr de extracto seco por litro (o bien con la decocción obtenida agotando la correspondiente cantidad de madera, si se trata de examinar esta última), calentando por tres cuartos de hora a 80°-90°. El tinte obtenido se compara con el dado por un extracto tipo, con el cual si conviene se prepara una escala de tintes empleando 10, 9, 8... cm^3 de solución de la concentración antedicha por cada gramo de lana.

4. Extracto de quercitrón

Preséntase en estado seco en trozos de color pardo subido, brillantes, o en forma de líquido pardo más o menos denso. Hállanse además en el comercio con los nombres de *Flavina* y *Quercetina* productos obtenidos de la corteza de quercitrón mediante procesos químicos y constituídos por la correspondiente materia colorante más o menos pura, en polvo o en pasta amarilla o parda.

Además de las investigaciones generales ya indicadas, se hacen sobre los extractos de quercitrón los siguientes ensayos.

1. Ensayos cualitativos.—La solución de extracto de quercitrón es amarilla; con los ácidos da un precipitado pardo amarillento claro; con los álcalis pardea. El cloruro estannoso da un precipitado amarillo; el cloruro férrico un precipitado verde oliva; el alumbre un precipitado amarillo ligero, y el filtrado presenta fluorescencia verdosa; el acetato de cobre da un precipitado amarillo-verdoso. Con cloruro de cal el líquido se decolora y da un precipitado amarillo.

En cuanto a la flavina y a la quercetina, se disuelven más o menos completamente en amoníaco y en los álcalis con color amarillo dorado y la solución amoniacal pardea al aire; una solución alcohólica se tiñe en verde obscuro con cloruro férrico, y con el acetato de plomo da un precipitado rojo de ladrillo; el filtrado del precipitado obtenido de la solución acuosa con alumbre es incoloro y no fluorescente.

2. Prueba de tintura.—Se mordenta la lana haciéndola hervir con 1,5 por 100 de sal de estaño y 3 por 100 de ácido oxálico, disueltos en agua suficiente, se lava y luego se tiñe empleando por cada gramo de lana 20 cm^3 de una solución que contenga por litro 10 gr de extracto (o con la decocción obtenida de una cantidad equivalente de corteza, si fuese ésta la que se debiera examinar). Para la confrontación se usa un producto elegido como tipo, con el cual se pre-

para una escala de tintes empleando diversas cantidades de solución, de modo análogo a como se ha indicado para los otros extractos.

* * *

Una *buena flavina* debe tener un poder colorante aproximadamente 10 veces mayor que el de la corteza de quercitrón.

ÍNDIGO

En el comercio se encuentra así el índigo *natural* como el *artificial* o *sintético*.

El índigo natural se presenta en terrones más o menos voluminosos; el de buena calidad es ligero, de color azul obscuro con reflejos metálicos cobrizos, especialmente cuando se raya con la uña; su fractura es homogénea, opaca, adherente a los labios. Por el contrario, el índigo de baja calidad es pesado, de color que tiende al violeta rojizo y las peores calidades tienen color azul gríseo o verdoso.

El índigo artificial se presenta en polvo de color azul obscuro con reflejos cobrizos o más comúnmente en pasta húmeda.

El índigo natural, además de la *indigotina* o *azul de índigo*, que es el principio colorante azul del añil, contiene: *indirubina* o *rojo de índigo*, *indihumina* o *pardo de índigo*, substancias gelatinosas (*gluten* o *cola de índigo*), y puede estar más o menos impurificado por substancias minerales (arena, silicatos, sales de calcio, de potasio, de magnesio, de hierro). El índigo artificial está constituído en cambio (descontada el agua para el producto en pasta) por indigotina casi pura.

El índigo, especialmente el natural, puede hallarse sofisticado con substancias minerales (arena, arcilla, pizarra, polvo de ladrillo, sulfato de bario, creta, grafito), con almidón, dextrina, gomas, resinas, extractos colorantes, azul de Prusia, etc.

El examen del índigo natural, encaminado a reconocer la pureza y las sofisticaciones, y a determinar el valor tintóreo, comprende principalmente los ensayos y las determinaciones que se exponen a continuación. El examen del índigo sintético se limita ordinariamente a la determinación del agua (si está en pasta) y de las cenizas, y si se pide, a la de la indigotina y a una prueba de tintura.

1. **Determinación del peso específico.**—Empléase el picnómetro, y como líquido el alcohol o la bencina.

2. **Determinación del agua.**—1-2 gr de índigo finamente pulverizado se desecan a 100°-105° hasta peso constante.

3. **Determinación y examen de las cenizas.**—Incinéranse en crisol de platino 1-2 gr de índigo (puede servir el residuo seco obtenido en la determinación precedente). Si las cenizas son abundantes, se procede al análisis cualitativo, para reconocer en ellas las substan-

cias minerales existentes como impurezas o agregadas fraudulentamente.

4. **Reconocimiento de las substancias orgánicas extrañas.**—El índigo, pulverizado, se amasa con un poco de agua; si da una masa pegajosa o mucilaginosa, existía goma o dextrina. Agregando más agua y filtrando, se pueden buscar dichas substancias en el líquido acuoso.

Otra pequeña porción del índigo en examen se trata con ácido nítrico, se diluye con agua y se ensaya el líquido con una solución de yoduro potásico; si aparece una coloración azul, el líquido contenía almidón.

Otra pequeña porción de substancia se trata con alcohol, se filtra y en la solución se buscan las resinas.

Trátase la substancia con solución de ácido oxálico y se filtra: si el filtrado es rojo, será indicio de la presencia de extracto de campeche, lo que se podrá confirmar agregando alumbre y carbonato sódico: si existe campeche, se obtiene un precipitado azul violáceo.

Una porción de substancia se hace hervir con solución de hidrato sódico, se diluye, se filtra, se acidifica el filtrado y se trata con cloruro férrico: un precipitado azul demuestra que el índigo contenía azul de Prusia.

5. **Reconocimiento del rojo y del pardo de índigo.**—Algunos gramos de índigo, finamente pulverizados, se tratan con ácido clorhídrico diluído y se filtra; quedan disueltas en el líquido la cola de índigo y parte de las substancias minerales. El residuo insoluble, lavado con agua, se trata con solución diluída de hidrato sódico y se filtra: la solución contiene el pardo de índigo. El nuevo residuo insoluble en hidrato sódico se lava, se seca y se extrae con alcohol hirviente: se disuelve el rojo de índigo, mientras quedan insolubles la indigotina y parte de las substancias minerales.

6. **Determinación de la indigotina.**—Para la determinación de la indigotina en el índigo se han propuesto muchos métodos, entre los cuales los más usados son los dos siguientes métodos volumétricos:

a) Método al permanganato (Rawson).—Fúndase en la acción oxidante del permanganato potásico con respecto a la indigotina y sus derivados sulfónicos. 1 gr del índigo en examen, pulverizado finamente y desecado a 100°, se mezcla con igual cantidad de vidrio en polvo; se agregan a la mezcla, cautamente y agitando, 20 cm^3 de ácido sulfúrico puro de D = 1,845, se calienta por 1 hora al baño maría, a la temperatura de 90°, se deja enfriar, y se completa con agua el volumen de 1 litro. Fíltrase y del líquido filtrado se toman 50 cm^3 (= 0,05 gr de substancia) que se vierten en una cápsula de porcelana y se diluyen con 250 cm^3 de agua.

En esta solución se vierte, poco a poco, por medio de una bureta,

una solución $\frac{N}{50}$ de permanganato potásico hasta que el líquido, habiendo tomado un tinte verdoso, pasa al amarillo pálido.

1 cm³ de la solución de permanganato corresponde teóricamente a 0,00131 gr de indigotina, pero en la práctica a una cantidad mayor (0,0014-0,0015 aproximadamente); por esto es preferible determinar directamente al título del permanganato mediante una solución tipo, preparada del modo antedicho, con 1 gr de indigotina pura.

Este método da resultados algo superiores al verdadero, especialmente si el índigo contiene mucha indirubina, pardo de índigo, sales de hierro, o bien si ha sido fraudulentamente adicionado de ácido oxálico para falsear el resultado de la valoración, como se ha encontrado alguna vez (1).

En estos casos, para eliminar las causas de error, conviene proceder del modo siguiente: disuélvese el índigo en el ácido sulfúrico, del modo antes descrito, dilúyese hasta 1 litro, fíltrase y se toman 50 cm³ del filtrado, que se diluyen en otra tanta agua, se tratan con 32 gr de cloruro sódico, se agitan y se dejan en reposo por 2 horas, con lo que se precipita el sulfoindigotato sódico. Se filtra, se recoge el precipitado en el filtro, se lava con unos 50 cm³ de solución saturada de cloruro sódico, se redisuelve en agua caliente, con la adición de 1 cm³ de ácido sulfúrico, se diluye con agua hasta 300 cm³ y por fin se valora con el permanganato como precedentemente. Para tener en cuenta la pequeña cantidad de indigotina que queda disuelta en el agua salada, hay que agregar 0,0008 gr al peso de indigotina hallado en los 50 cm³ de solución empleada.

O bien, para eliminar las expresadas causas de error, se trata ante todo el índigo con ácido clorhídrico diluído, se lava con agua caliente, se agota con una mezcla de alcohol (4 partes) y éter (1 parte), se trata con ácido sulfúrico y se valora procediendo en la forma antes descrita.

b) Método al hidrosulfito.—Este procedimiento está basado en la decoloración de la indigotina por medio del hidrosulfito de sodio.

Reactivos.—Para proceder a la determinación se necesitan los siguientes reactivos:

1. Una solución de hidrosulfito que se prepara disolviendo en agua 3 4 gr de hidrosulfito sódico puro en polvo, con adición de 3 gr de hidrato sódico, y diluyendo hasta 1 litro.

Esta solución debe conservarse al abrigo de la luz y del aire (por esto conviene superponerle una capa de petróleo), y siendo muy poco estable conviene determinar su título cada vez, inmediatamente antes de usarla.

2. Una solución de indigotina, o de sulfato de cobre amoniacal, para valorar la solución de hidrosulfito, que se preparan del siguiente modo:

a) Solución de indigotina.—Se solubiliza 1 gr exacto de indigotina pura y seca con ácido sulfúrico siguiendo las normas ya indica-

(1) *Ann. de chim. analyt.*, 1902, pág. 256.

das para el método al permanganato, y se diluye el líquido hasta 1 litro. 1 cm³ de esta solución contiene 0,001 gr de indigotina.

b) Solución de sulfato de cobre amoniacal:—Disuélvense en agua 1,904 gr de sulfato de cobre puro en pequeños cristales, se agregan 100 cm³ de amoníaco concentrado y se diluye hasta 1 litro. 1 cm³ de esta solución corresponde a 0,001 gr de indigotina.

Aparato.—En la valoración de la solución de hidrosulfito es absolutamente necesario evitar todo contacto con el aire, y por esto se debe trabajar, como en la subsiguiente valoración del índigo en examen, en un aparato especial, como el representado en la figura 67, que comprende:

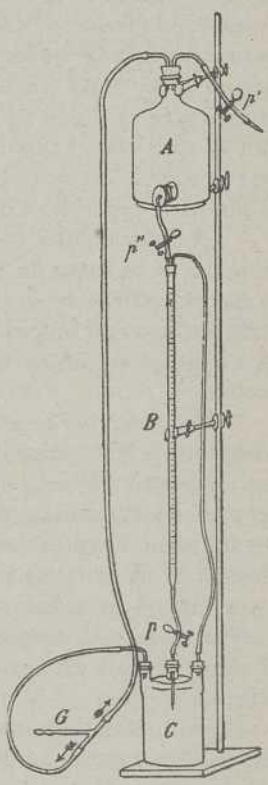


Fig. 67.

1. Un frasco de Mariotte *A*, que contiene la solución de hidrosulfito cubierta por un estrato de petróleo, y cerrado con un tapón atravesado por dos tubos de vidrio acodados, uno de los cuales, mediante un tubo de caucho, está en comunicación con un manantial de hidrógeno o de gas del alumbrado procedente de *G*; y el otro, provisto de un corto tubo de goma que termina en un tubo de vidrio y lleva una pinza *p'*, puede comunicar con el exterior.

2. Una bureta *B* de 50 cm³ cerrada con tapón de goma atravesado por dos tubitos de vidrio, uno de los cuales mediante un corto tubo de goma provisto de la pinza *p''* comunica con la tubulura del frasco de Mariotte *A*. Del extremo inferior de la bureta parte un tubo de goma con pinza *p* y que comunica con un tubo afilado que atraviesa un tapón de goma.

3. Un frasco de Woulff *C* tritubulado, de unos 250 cm³ de capacidad, en el que se hace la valoración. Una de las tubuluras laterales comunica con el manantial gaseoso que proviene de *G*, la otra comunica, mediante un tubo de goma, con el extremo superior de la bureta *B*, y la central está cerrada por un tapón de goma común, o por el atravesado por el tubo afilado de la bureta, cuya punta deberá llegar hasta casi el centro del frasco.

Valoración de la solución de hidrosulfito.—Introdúcense 50 cm³ de solución cúprica o indigótica (correspondientes a 0,05 gr de indigotina) en el frasco de Woulff *C*, ciérrase la tubulura central con el tapón de goma, dejando aparte el tapón atravesado por el tubo afi-

lado de la bureta; y abiertas las pinzas *p* y *p'*, se da acceso a la corriente de hidrógeno o de gas del alumbrado, la cual se ramifica y por un lado penetra en el frasco de Woulff *C* y de aquí pasa a la bureta *B*; y por otro lado penetra en el frasco de Mariotte *A*, expulsando el aire tanto de *A*, como de *B* y de *C*.

Expulsado el aire, se cierran las pinzas *p* y *p'* y se abre la pinza *p''* que deja caer la solución de hidrosulfito en la bureta *B*. Cuando ésta queda llena, se cierra de nuevo la pinza y se produce el enrase procurando que queden completamente llenos de líquido el tubo de goma y el tubo afilado. Hecho esto, con precaución y rapidez se substituye el tapón de goma que cierra la tubulura central del frasco de Woulff por el tapón atravesado por el tubo afilado de la bureta, y se procede a la valoración, que en estas condiciones evidentemente se lleva a cabo fuera del contacto del aire.

El hidrosulfito se agrega hasta la completa decoloración del líquido, si se trata de solución cúprica, o hasta paso del verdoso al amarillo pálido si se trata de indigotina. Del número de centímetros cúbicos de hidrosulfito empleados se deduce su título, es decir, a cuánta indigotina corresponde 1 cm^3 de la solución de hidrosulfito.

Modo de operar.—1 gr del índigo en examen, pulverizado y desecado a 100°, mezclado con una cantidad igual de polvo de vidrio, se trata con 20 cm^3 de ácido sulfúrico del mismo modo indicado para el método al permanganato, y se diluye luego hasta 1 litro. 50 cm^3 de la solución filtrada (= 0,05 gr de substancia) se introducen en el frasco de Woulff; se expulsa el aire del aparato con la corriente de gas y luego se valora con el hidrosulfito. El líquido pasa primero al verde, luego al amarillo más o menos claro, según la calidad del índigo; se deja de agregar hidrosulfito al desaparecer el último vestigio de verde.

Si el índigo contenía mucha indirubina, una vez decolorada la indigotina (que es la primera en reducirse) el color pasa al rojo violáceo, que indica el término de la valoración de la indigotina. Prosiguiendo luego la adición del hidrosulfito, también la indirubina se reduce y el color pasa al amarillo. Por lo que, teniendo en cuenta los dos pasos, se puede, con un poco de práctica, determinar con aceptable aproximación también la indirubina.

La presencia de sales férricas altera los resultados de la valoración; pero no es frecuente el caso de que dichas sales se hallen en cantidad sensible en el índigo.

EJEMPLO:—Habiendo empleado 30 cm^3 de hidrosulfito para decolorar 50 cm^3 de solución tipo indigótica o cúprica (= 0,05 gr de indigotina), el título del hidrosulfito será 0,05 : 30 = 0,001667, o sea 1 cm^3 de hidrosulfito = 0,001667 gr de indigotina.

Habiendo hallado luego que para 50 cm^3 de la solución del índigo en

examen (= 0,05 gr de substancia) se necesitan 20,6 cm³ de hidrosulfito, el tanto por ciento de indigotina vendrá dado por $\frac{0{,}001667 \times 20{,}6 \times 100}{0{,}5}$, o más brevemente por $\frac{20{,}6 \times 100}{30} = 68{,}67$ por 100.

7. **Prueba colorimétrica.**—0,3 gr de índigo se disuelven, en caliente, en 5 cm³ de ácido sulfúrico puro concentrado. Por otra parte se hace la misma operación con 0,3 gr de indigotina pura o de un índigo tomado como tipo. Solubilizado el índigo, se agrega agua, diluyendo hasta el volumen de 3 litros; tómanse luego 10 cm³ de cada solución y se comparan en el colorímetro de Duboscq. Si la solución del índigo en examen aparece menos colorada que la solución tipo, se diluye esta última con agua hasta la igualdad de tintes, y de la dilución que ha sido necesaria se deduce el poder colorante respecto al tipo.

JUNTA DE INTERCAMBIO Y ADQUISICIÓN DE REVISTAS PARA BIBLIOTECAS

Si se han agregado, por ejemplo, 2 cm³ de agua, el poder colorante del índigo tipo será al del índigo en examen, como 10 + 2, o sea 12, es a 10; es decir que el índigo en examen tendrá un poder colorante de $^5/_6$ ó de 83,3 por 100 del índigo tipo, o bien de la indigotina pura.

8. **Prueba de tintura.**—Solubilízase 1 gr de indigotina pura con 20-25 gr de ácido sulfúrico puro concentrado y se diluye luego con agua hasta 1 litro. 1, 2, 3, 4, 5... 20 cm³ de esta solución se vierten en 20 vasos, cada uno de los cuales contenga 500 cm³ de agua; en cada una de estas soluciones se introduce una muestra de 5 gr de hilado o de tejido ligero de lana, previamente desengrasado por inmersión en una solución de carbonato amónico al 10 por 1000, calentada a 30°-40°, y lavado con agua corriente. Las diversas pruebas se calientan hasta ebullición, que se mantiene por $^3/_4$ de hora; luego se separa la lana del baño, que queda casi decolorado, se deja enfriar, se lava con agua caliente y se seca a la sombra, con lo que se obtiene una escala de 20 muestras coloradas típicas, que al abrigo de la luz y del aire se puede conservar mucho tiempo inalterada.

Cuando se tenga que probar el poder colorante de un índigo comercial, se solubiliza 1 gr con ácido sulfúrico del modo antedicho y se diluye hasta 1 litro. Con 20 cm³ de la solución, diluídos en 500 cm³ de agua, se tiñen 5 gr de lana (hilado o tejido) en las mismas condiciones antes indicadas, y se examina con qué muestra de la escala coincide el tono del tinte dado por el índigo en examen.

Por ejemplo, si la muestra en examen coincide con el n. 13 de la escala, se tendrá que 20 cm³ de la solución del índigo en ensayo corresponden a 13 cm³ de la solución de indigotina pura, y por lo tanto tiene un valor tintóreo de $\frac{13}{20}$ ó sea 65 por 100 del de la indigotina pura.

***

El *Indigo natural* tiene un peso específico que puede variar entre 1,1 y 1,5 (más a menudo entre 1,3 y 1,45), y que es tanto menor cuanto más rico es el índigo en indigotina y más pobre en substancias minerales. Un buen índigo natural contiene de ordinario 3-7 por 100 de agua y 2-10 por 100 de cenizas; pero las clases inferiores pueden dejar hasta más de 25 por 100 de cenizas. El contenido del índigo natural en indigotina es bastante variable, pudiendo oscilar entre 20 y más de 90 por 100; las mejores clases del Bengala contienen hasta más de 75 por 100, pero en las corrientes hállase ordinariamente de 50 a 70 por 100 de indigotina; el índigo de Madrás contiene de 20 a 40, rara vez más de 50 por 100; el de Java puede contener 70-80 por 100 y aun más; los de Guatemala contienen de ordinario 45-60 por 100.

El rojo de índigo se halla en los productos de la India y de Guatemala en proporción de 1-8 por 100, y en los de Java a veces en cantidad mayor; el pardo de índigo puede llegar a 5 por 100; la cola de índigo, a 4 por 100.

El *Índigo artificial* en polvo está de ordinario formado por indigotina casi pura (aproximadamente 98 por 100); el índigo en pasta puede ser de diversa concentración (ordinariamente al 20 por 100).

CARMÍN DE ÍNDIGO

El carmín de índigo está constituído comúnmente por el ácido bisulfoindigótico o por su sal sódica, que se entrega al comercio en pasta húmeda o en bolas o trociscos de color azul y reflejos rojizos. El ácido monosulfoindigótico (*Púrpura de índigo*) es poco usado. El carmín de índigo puro es soluble completamente en el agua, de la cual reprecipita por adición de cloruro sódico. Los carmines comerciales de mala calidad dejan un residuo verdoso más o menos abundante insoluble en el agua.

El examen del carmín de índigo comprende la determinación de la acidez y el reconocimiento de los colores orgánicos artificiales, que se llevan a cabo como se describe más adelante; y además la determinación de la substancia colorante, la prueba colorimétrica y la prueba de tintura, que se practican como para el índigo, sin previo tratamiento con el ácido sulfúrico (para la determinación de la substancia colorante se emplea especialmente el método al permanganato).

1. **Determinación de la acidez.**—Disuélvese 1 gr de carmín en 100 cm^3 de agua, se trata con 32 gr de cloruro sódico puro, se agita, se filtra, se lava el precipitado con agua salada y en el líquido se valora la acidez libre con potasa decinormal en presencia de fenolftaleína, calculándola como ácido sulfúrico.

2. **Reconocimiento de los colores orgánicos artificiales.**—El carmín de índigo se halla a menudo sofisticado con colores orgánicos artificiales, especialmente con azul de anilina. Si se tiñe seda con solución acidificada de carmín, se lava y se hace hervir con agua, la

fibra se decolora si el carmín era puro, y en cambio queda teñida de azul si existía azul de anilina.

También oxidando la solución del carmín con permanganato, para la determinación de la indigotina, se pueden descubrir muchos colores orgánicos artificiales, pues la solución de carmín de índigo puro queda amarilla, y en cambio si contiene colores orgánicos artificiales puede quedar azulada, violeta, gris, rojiza.

ALIZARINA

La alizarina natural de la rubia ha caído hoy día casi en completo desuso; la alizarina del comercio está, como es sabido, obtenida artificialmente. Preséntase en pasta humeda, de color amarillo ocráceo, que contiene de ordinario aproximadamente 20 por 100 de substancia sólida (a veces más, hasta 40 ó 60 por 100), o bien en estado seco, en polvo o en terrones.

Entre las diversas clases comerciales de alizarina, algunas están constituídas por *alizarina* (dioxiantraquinona) casi pura, otras por mezclas de ella con *flavopurpurina* y *antrapurpurina* (trioxiantraquinonas isómeras), y otras casi exclusivamente por una u otra de estas últimas o por sus mezclas. Hállase también en el comercio otro isómero de estas últimas: la *purpurina*.

Además de los productos mencionados, se usan también (especialmente para la tintura de la lana), con el nombre de *Rojo de alizarina*, las sales sódicas de los respectivos derivados sulfónicos, que se presentan en polvo anaranjado.

Las alizarinas del comercio pueden estar impurificadas por antraquinona y sus derivados sin valor tintóreo, como la monoxiantraquinona y algunas dioxiantraquinonas (ácidos antraflavínico e isoantraflavínico) isómeras de la alizarina; pueden además estar mezcladas o sofisticadas con almidón, dextrina, glicerina, aceites emulsivos, sales minerales.

El examen de la alizarina comprende principalmente los siguientes ensayos y determinaciones:

1. **Reacciones cualitativas.**—La alizarina es insoluble en el agua, soluble en el alcohol hirviente y en el éter; disuélvese en el hidrato sódico, dando una solución azul violeta con la alizarina pura, violeta con la antrapurpurina, rojo púrpura para la flavopurpurina, roja para la purpurina. Los derivados sulfónicos son solubles en el agua, y también ellos dan soluciones alcalinas violáceas.

La presencia de la monoxiantraquinona se puede reconocer disolviendo un poco de substancia en hidrato sódico, tratando la solución alcalina en caliente con agua de barita y filtrando; si el filtrado está teñido de rojo y al acidificarle con ácido clorhídrico da un precipitado de copos amarillos, existía monoxiantraquinona.

Los ácidos antraflavínico e isoantraflavínico se reconocen tratando un poco de substancia en suspensión en el agua hirviente con hidrato de bario y filtrando: en presencia de los mencionados ácidos el filtrado es rojo, y neutralizándole con ácido clorhídrico da un precipitado amarillo.

2. **Determinación del agua.**—Se lleva a cabo especialmente en la alizarina en pasta. A tal fin, se pesan 5 gr de substancia en una cápsula y se calientan en estufa a 100° hasta peso constante; la pérdida de peso da la cantidad de agua.

Si la alizarina ha sido mal lavada, alrededor de la substancia colorante seca se observa un anillo salino.

3. **Determinación de las cenizas.**—El residuo seco resultante de la determinación del agua se incinera y se pesan las cenizas. Si éstas pasan de 1 por 100 de la substancia seca, es probable una sofisticación con substancias minerales, que se reconocen procediendo al examen cualitativo de las mismas cenizas. Tal examen es útil en todo caso hasta para reconocer la presencia de metales pesados (especialmente hierro) que pueden provenir del proceso de fabricación y que dañan en la tintura. Las cenizas de la álizarina están normalmente formadas por sales de sodio o de calcio

4 **Determinación de los diversos derivados antraquinónicos.**—Esta determinación puede hacerse aproximadamente en la alizarina comercial, según Benedikt y Knecht, del siguiente modo:

Una cantidad determinada (5-10 gr) de la muestra se disuelve en una solución de carbonato sódico y se filtra; la antraquinona y la monoxiantraquinona quedan en el filtro, y una vez lavadas y desecadas se pesan, y aun se pueden separar una de otra mediante la sosa cáustica diluída, que disuelve solamente la monoxiantraquinona.

Al líquido filtrado se agrega ácido clorhídrico, y el precipitado obtenido se hace hervir con lechada de cal, que disuelve los ácidos antraflavínico e isoantraflavínico tiñéndose de rojo; se filtra, se reprecipita el líquido filtrado con ácido clorhídrico, se recoge el precipitado de los ácidos antra e isoantraflavínico sobre un filtro, se lava, se deseca y se pesa.

La laca calcárea que queda retenida puede contener alizarina, antrapurpurina y flavopurpurina; se trata con ácido clorhídrico diluído, se agita con éter, que disuelve las citadas substancias colorantes, se separa el extracto etéreo, se evapora, y se pesa el residuo, después de haberlo desecado a 100°.

En este residuo se pueden determinar aproximadamente la alizarina y las dos trioxiantraquinonas (flavopurpurina y antrapurpurina), según Schunck y Römer, calentando el residuo, entre dos vidrios de reloj, a una temperatura de 130°-150°, a la cual se volatiliza y sublima solamente la alizarina. Calentando luego el residuo a

170°, se subliman también la flavopurpurina y la antrapurpurina (la primera en agujas amarillo-rojizas, la segunda en cristales rómbicos), las cuales después pueden separarse una de otra mediante el benzol caliente, que sólo disuelve la flavopurpurina.

5. Reconocimiento de las substancias orgánicas extrañas.—Para reconocer la glicerina y la dextrina, se deslíe la substancia en el agua, se deja posar la parte insoluble, se filtra, se evapora el líquido filtrado y se examina el residuo que deja, observando sus caracteres organolépticos, la acción del calor, la polarización, etc. El almidón se descubre por el examen microscópico. Los aceites grasos se buscan extrayendo la substancia con éter y examinando luego el extracto etéreo.

6. Prueba de tintura.—La alizarina se fija en las fibras por medio de mordientes, y según la naturaleza de éstos y de las fibras, produce coloraciones variables entre el rojo amarillento y el rojo obscuro y el violeta más o menos azulado.

Para las pruebas de tintura hay que regirse luego según la fibra que se debe teñir y el color que se desea obtener. En general, se acostumbra hacer pruebas comparativas con una alizarina tipo y la alizarina en examen, usando tiras de tejido de algodón mordentadas de diversas maneras, a saber:

a) con solución concentrada de acetato de aluminio;
b) con solución diluída de acetato de aluminio;
c) con solución concentrada de acetato férrico;
d) con solución diluída de acetato férrico;
e) con mezcla de solución concentrada de los dos acetatos nombrados;
f) con mezcla de solución diluída de los mismos acetatos.

Para cada mordiente se usan soluciones de concentración fija, empleando volúmenes determinados para una misma clase de algodón, y teniéndolos por un tiempo y a una temperatura establecidos (1).

En un litro de agua común a 40° se deslíen 0,5 gr de alizarina en pasta; en el baño se introducen las tiras de algodón mordentadas y se calienta al baño maría elevando gradualmente la temperatura hasta 75° en el intervalo de aproximadamente una hora y media, y

(1) Hállanse en el comercio tiras de algodón mordentadas paralelamente con diversos mordientes, de modo que se pueden confrontar los diversos tintes sobre un mismo pedazo de tela. Tal es la llamada *cinta de Mulhouse*, tira de unos 20 cm de longitud, dividida en cinco zonas tratadas con mordientes diversos, (al hierro, fuerte y débil; al aluminio, fuerte y débil; al hierro y al aluminio a la vez) y separadas por líneas no mordentadas. Es especialmente útil para la prueba de los diversos colorantes orgánicos naturales, de los colores con mordiente en general y de las materias tánicas; éstas últimas dan con los mordientes al hierro tintes que varían entre el negro y el pardo o el verde.

BIBLIOTECA NACIONAL BUENOS AIRES

después a 90° por media hora aproximadamente. Se separa el algodón del baño, se lava con agua fría, se inmerge en un baño de jabon blanco al 2 por 1000, por media hora; por fin se lava con agua caliente y se seca.

Observando los tejidos así teñidos, se pueden apreciar el tono y la intensidad del color que puede dar la alizarina con los distintos mordientes.

Para la tintura en rojo turco, hay que sumergir el tejido en una solución tibia al 5 % de aceite emulsivo, luego secarlo, mordentarlo con acetato al aluminio, secarlo de nuevo y pasarlo luego al baño de tintura, adicionado también con un poco de sulforricinato. Luego se expone el tejido, por una hora, al vapor de agua hirviente, y se pasa al baño de jabón.

CATECÚ, GAMBIR

Estas dos substancias, constituídas por los extractos acuosos evaporados y desecados de algunas plantas, se pueden comprender tanto en la clase de las materias colorantes como en la de las curtientes, así por la composición como por los usos.

El *Catecú* se presenta en masas pardo-rojizas, frágiles, de fractura brillante u opaca, de sabor amargo astringente y después dulzaino.

El *Gambir* se encuentra en el comercio en pequeños panes cúbicos de color gris verdoso o amarillento cuando son frescos, pero que pronto pardean exteriormente, quedando amarillentos internamente; o también en terrones irregulares de color pardo. Es poroso, friable, de fractura terrosa, tiene sabor amargo astringente y después dulce.

Semejante a estos productos por el aspecto es el *Kino*, jugo condensado que fluye de algunos árboles, y se presenta en fragmentos de color rojo subido, brillantes, frágiles; tiene sabor muy astringente, y a diferencia del catecú y del gambir, tiñe de rojo la saliva.

El catecú y el gambir tienen por componentes esenciales el ácido catotánico y la catequina. Pueden hallarse sofisticados con substancias minerales (tierra, ocre, arcilla, arena), con almidón, dextrina, substancias tánicas extrañas, sangre desecada.

Su examen comprende especialmente algunos ensayos cualitativos para la identificación del producto y para el reconocimiento de las sofisticaciones y una prueba de tintura; a veces pueden convenir también algunas determinaciones cuantitativas. Los métodos analíticos que han de seguirse están indicados a continuación.

1. Ensayos cualitativos y distinción entre el catecú y el gambir.—El catecú es casi totalmente soluble en el agua hirviente; el alcohol caliente disuelve aproximadamente 85-90 %; el éter disuelve

28-50 %. La solución acuosa da un precipitado verde obscuro con el cloruro férrico; la solución alcohólica muy diluída se tiñe de verde con el mismo reactivo y la coloración pasa al púrpura por la adición de amoníaco.

El gambir se disuelve en el agua caliente, y reprecipita en gran parte por enfriamiento, la solución diluída se tiñe de verde con el cloruro férrico.

El kino al disolverse en el agua la tiñe de rojo; la solución acuosa da con los ácidos, especialmente en caliente, un precipitado rojizo; con cloruro férrico un precipitado verde sucio.

Para distinguir el catecú del gambir se trata la substancia con ácido acético al 30 %, o con solución de sosa al 10 %, y se examina al microscopio el residuo insoluble; si éste se halla formado por fibras leñosas se trata de catecú, y si lo está por células parenquimatosas y por pelos de base encorvada y punteados, es decir por elementos de hojas, se trata de gambir.

Puede hacerse este otro ensayo: 3 gr de substancia se disuelven en 25 cm^3 de agua, y la solución, adicionada de un poco de solución diluída de potasa cáustica, se agita con 50 cm^3 de éter de petróleo; una vez verificada la separación de los dos estratos se observa el aspecto del éter de petróleo: si no ha cambiado sensiblemente, se trata de catecú; si ha adquirido una fluorescencia verde marcada se trata de gambir.

2. Determinación del agua.—Desécanse 5 gr de substancia a 105° hasta peso constante.

3. Determinación y examen de las cenizas.—Incinérase el residuo de la determinación precedente. La abundancia de las cenizas puede indicar la adición de substancias minerales extrañas, cuya naturaleza se puede reconocer por el análisis cualitativo de las mismas cenizas.

4. Reconocimiento de las substancias orgánicas extrañas.—La presencia del almidón y de la dextrina se puede reconocer de los modos ya indicados para los extractos colorantes de maderas tintóreas.

Indicio de la adición de materias tánicas extrañas (V. también el Cap. Substancias tánicas) lo da el hecho de que una solución alcohólica muy diluída, obtenida en frío y filtrada, se tiñe de negro más o menos intenso y no en verde por el cloruro férrico.

La adición de sangre desecada se reconoce agotando el producto con alcohol en caliente; el residuo insoluble, desecado, se calienta en tubo de ensayo, y el desprendimiento de vapores amoniacales indicará la presencia de sangre.

5. Prueba de tintura.—10 gr de algodón o de lana se tiñen con 10 % de catecú o de gambir, con o sin adición de 1 % de sulfato de cobre, empleando 1 litro de agua para la lana y ½ litro para el algo-

dón. El baño se mantiene a la ebullición por 1 hora; déjase enfriar por 3 horas, sepárase la fibra del baño, se exprime y se inmerge por media hora en un baño a 80° con 2 % de bicromato potásico; por fin se lava con agua caliente y se seca. El tinte resultante se compara con el obtenido en iguales condiciones con un producto tipo.

* * *

El *Catecú* y el *Gambir* contienen en general de 12 a 25 % de agua, 2 a 5 % de substancias minerales, 24-48 % de ácido catotánico y 2-12 % de catequina.

El *Kino* tiene composición muy variable, y es de ordinario más rico en tanino que los precedentes.

COCHINILLA Y CARMÍN

1. Cochinilla

La cochinilla está constituída por el cuerpo desecado de un nsecto, que se presenta como un grano pardo obscuro, cubierto o ino por un polvo blanquecino.

Hállase a menudo sofisticada con cochinillas agotadas de la materia colorante y luego desecadas o humedecidas con soluciones de extractos colorantes (especialmente de palo rojo) y a menudo embadurnadas de talco, yeso, espato pesado. A veces se les mezclan también trocitos o limaduras de plomo. Los ensayos que pueden efectuarse son los siguientes:

1. Investigación de las substancias minerales.—Incinéranse 5 gr de substancia y se pesan las cenizas. Si éstas son abundantes, habrá que sospechar la adición de substancias minerales, que se reconocen examinando cualitativamente las cenizas mismas.

Algunas substancias minerales pueden también separarse y reconocerse sacudiendo con agua la cochinilla sospechosa y examinando el depósito que va al fondo.

2. Investigación del extracto de palo rojo.—Una decocción acuosa de la substancia se trata con agua de cal: la materia colorante de la cochinilla se separa en forma de precipitado violáceo; quedar el líquido colorado es indicio de la presencia de palo rojo.

3. Determinación de la substancia colorante.—Esta determinación se hace, según Liebermann, pulverizando la substancia y agotando un peso dado (2 gr) con agua hirviente; al líquido se agrega acetato de plomo y el precipitado formado se recoge en un filtro tarado, se deseca a 100° y se pesa; luego se incinera en crisol de porcelana y se pesan las cenizas. La diferencia entre el peso del precipitado seco y el peso de las cenizas representa aproximadamente la materia colorante de la cochinilla.

4. Prueba de tintura.—Se hierve repetidamente con agua 1 gr de cochinilla pulverizada, se reúnen las soluciones obtenidas y se

diluye hasta 1 litro. Por cada gramo de tejido de lana se emplean 100 cm³ de este líquido, que se diluyen en agua, agregándoles 3 % de ácido oxálico y 1,5 % de sal de estaño (referidos al peso del tejido). En este baño se inmerge la lana previamente mojada, y se calienta gradualmente de modo que en media hora aproximadamente se llegue a la ebullición, que se mantiene luego durante otra media hora; después se lava y se deja secar. El tinte obtenido se confronta con el dado en las mismas condiciones por un producto típico, con el que se puede haber preparado una escala de tintes empleando 100, 90, 80... cm³ de solución del colorante por gramo de lana.

***

Una *buena cochinilla* no debe dejar más de 1 % de cenizas, y si no ha sido en parte agotada, ha de contener 8-10 % de substancia colorante.

2. Carmín

La substancia colorante de la cochinilla, precipitada de una solución mediante un ácido débil o una sal ácida (alumbre), constituye el *Carmín de cochinilla* o simplemente *Carmín*. Este color se halla en el comercio en polvo, en pequeños panes o en trociscos, de color rojo.

Las sofisticaciones más frecuentes del carmín se hacen con almidón, arcilla, ocre, talco, creta, minio, lacas de colores orgánicos artificiales (por ejemplo, de eosina con plomo y alúmina, de peonina o coralina con barita, de escarlata de Biebrich con óxido de estaño).

Sobre el carmín se hacen las siguientes investigaciones y determinaciones:

1. **Ensayos cualitativos.**—El carmín es insoluble en el agua, en el alcohol y en el éter. Con los ácidos se tiñe en rojo amarillento. En el amoníaco se disuelve completamente en rojo intenso. En la potasa se disuelve en violeta púrpura. El sulfito de sodio no lo decolora. Con una solución de cloruro de cal se decolora. Arde despidiendo olor de substancias nitrogenadas y dejando pocas cenizas.

2. **Determinación y examen de las cenizas.**—Se incineran en crisol de porcelana 5 gr de substancia y se pesan las cenizas obtenidas; después se examinan cualitativamente.

3. **Reconocimiento de substancias extrañas en general.**—Se trata la substancia con amoníaco diluído: el carmín puro se disuelve completamente; el mezclado con substancias extrañas deja un residuo insoluble. El almidón puede reconocerse en ese residuo, ya al microscopio, ya con tintura de yodo.

4. **Investigación de las lacas de colores orgánicos artificiales.**—La presencia de estas lacas se advierte ya de ordinario quemando la substancia; el carmín puro despide olor neto de substancias nitro-

genadas, mientras si contiene colores orgánicos artificiales despide también el olor característico de estos (en particular se percibe olor de bromo en presencia de eosina, olor fenólico en presencia de peonina o coralina). También la presencia de barita, de óxido de plomo, de óxido de estaño (en cantidad notable) en las cenizas, es indicio de sofisticaciones con lacas coloradas. Además, la presencia de estas modifica las reacciones indicadas en el n. 1. Para algunos colores orgánicos artificiales son útiles los siguientes ensayos:

La eosina se reconoce tratando el carmín con ácido sulfúrico diluído, sacudiendo con éter y evaporando la solucion etérea; en el residuo abandonado por ésta se puede identificar la eosina.

La escarlata de Biebrich se reconoce haciendo hervir la substancia con amoníaco: en presencia de ese color el líquido toma un tinte rojo anaranjado, mientras con el carmín puro se obtiene un líquido rojo purpurino.

* * *

Las *cenizas* del *Carmín* genuino oscilan de ordinario entre 5 y 9 por 100, y están constituídas en su mayor parte por alúmina y cal, con pequeñas cantidades de magnesia, álcalis y ácido fosfórico; contienen a menudo vestigios de óxido de estaño y cobre, provenientes de los recipientes en que el carmín fué preparado.

La *substancia colorante* está contenida en el carmín en cantidad de 30-65 por 100, pero más comúnmente de 45-56 por 100.

COLORES ORGÁNICOS ARTIFICIALES

Los *Colores* o *Colorantes orgánicos artificiales* (llamados también comúnmente *Colores del alquitrán*) se clasifican, según su constitución química y los grupos atómicos que forman la característica de cada color, en varios grupos, que son principalmente los siguientes:

Colorantes nitrados o *Nitrocolorantes*, grupo no muy numeroso y que comprende principalmente colores amarillos o anaranjados;

Azooxicolorantes o *Hidrazocolorantes*, también poco numerosos y de ordinario amarillos y anaranjados;

Colorantes azoicos o *Azocolorantes*, grupo de los más numerosos e importantes, que comprende colores de diversos tintes;

Derivados de las quinonoximas o *Nitrosocolorantes*, que comprenden pocos colores, especialmente verdes y pardos;

Colorantes oxiquetónicos o *Derivados del antraceno*, grupo importante y numeroso;

Derivados del di- y del trifenilmetano, al que pertenecen variados colores, entre ellos los llamados de anilina;

Ftaleínas o *Derivados de la pironina* o *de la pirona*, colores generalmente rojos o violáceos, enlazados en cierto modo con el grupo precedente;

Colorantes quinonimídicos, que comprenden los subgrupos de los *Indofenoles*, de las *Oxacinas*, de las *Tiacinas* y de las *Acinas*, y a los cuales corresponden algunos colores importantes;

Derivados de la quinolina y de la acridina, colores no muy numerosos y especialmente amarillos, anaranjados o rojos;

Colorantes tiobencentlicos o *del tiazol*, colores amarillos, poco numerosos;

Colorantes del grupo del indigo o *del tiotndigo*, o *Indigoides*, que en estos últimos tiempos han ido creciendo en número y en importancia.

En la práctica, se distinguen más comúnmente los colores orgánicos artificiales, según su modo de comportarse con respecto a las fibras textiles y a algunos reactivos, en: básicos, ácidos, directos, sobre mordiente, a la tina, al azufre, a desarrollo.

Colorantes básicos son aquellos cuyas soluciones son decoloradas por los ácidos minerales y dan un precipitado colorado con el tanino (preferentemente en presencia de acetato de sodio). Su solución, acidulada con ácido sulfúrico y agitada con éter, no cede nada a este líquido. Tiñen las fibras animales en baño neutro o ligeramente ácido por el ácido acético y sin mordientes. Tiñen las fibras de algodón en baño de tanino. Por medio de ácidos minerales se expulsan completamente de las fibras sobre las cuales habían sido fijados.

Los colorantes básicos se hallan en el comercio generalmente salificados, en estado de cloruros o aun de sulfatos, nitratos, acetatos, oxalatos, o de sales dobles con cloruro de zinc o de hierro.

Los *Colorantes ácidos* dan soluciones que no se decoloran con ácidos minerales y no precipitan con el tanino. Agitando con éter la solución del color, acidificada con ácido sulfúrico, el éter disuelve el color, y deja un residuo al evaporarse. No tiñen la lana y la seda en baño neutro, pero sí en baño ácido (con ácido sulfúrico); son poco apropiados para el algodón.

Los colores ácidos son casi todos sales de ácidos colorados, y entre ellos son especialmente numerosos los derivados sulfónicos.

Los *Colorantes directos* o *substantivos* o *salinos* tiñen directamente las fibras vegetales y animales, en un baño con un poco de jabón o sosa o con sales alcalinas, sin necesidad de mordientes. Pertenecen a este grupo por ejemplo los colores de bencidina.

Los *Colorantes sobre mordiente* no tiñen la lana ni el algodón en baño neutro, ni ácido, ni alcalino, pero los tiñen en presencia de un mordiente metálico.

Los *Colorantes a la tina* son insolubles en el agua y se fijan sobre las fibras reduciéndolos primero a sus leucoderivados solubles en el agua, y después se reoxidan al aire sobre la fibra; pertenecen a este tipo el índigo, los indigoides y el indantreno.

Los *Colorantes al azufre* son más o menos solubles en el agua, pero solubles en los álcalis y en los sulfuros alcalinos; tratados con ácido clorhídrico, o mejor con ácido clorhídrico y cloruro estannoso, dan hidrógeno sulfurado reconocible por el olor; al arder despiden olor de anhídrido sulfuroso y dejan un residuo más o menos abundante que contiene sulfatos y sulfitos alcalinos.

Los *Colorantes a desarrollo* se producen directamente sobre las fibras, por oxidación (ej. negro de anilina) o por diazoación y copulación (ej. prilumina, negro diamina). No se hallan ellos en el comercio, sino los productos que sirven para producirlos sobre la fibra.

Los colores orgánicos artificiales pueden presentarse en polvo, en cristales, en trozos, o en pasta más o menos acuosa. Presentan tintes variados, a menudo distintos de los que comunican a las fibras; muchas veces, especialmente si están cristalizados, presentan irisaciones y reflejos metálicos.

La mayor parte de estos colores son solubles en el agua y en el alcohol, algunos solamente en el alcohol; menos frecuente es que se disuelvan en otros disolventes orgánicos; algunos son también insolubles en el agua y en el alcohol. Calentados al aire arden más o menos fácilmente con olor especial.

Los colores orgánicos artificiales pueden hallarse mezclados con substancias extrañas diversas, tanto minerales como orgánicas, a veces hasta en cantidad muy grande, las cuales pueden provenir del proceso de fabricación, o bien haberse agregado ya para graduar o atenuar el tinte, ya como densificantes o para facilitar la aplicación y la fijación, ya a veces fraudulentamente.

El análisis de un color orgánico artificial puede tener por objeto: 1) identificar su naturaleza; 2) verificar su pureza o descubrir sus sofisticaciones; 3) determinar su valor con respecto a sus cualidades tintóreas.

De las investigaciones y ensayos que pueden realizarse en cada caso se trata en los párrafos que siguen.

1. Identificación de los colores

Por la observación de los caracteres ya citados para las diversas categorías de colores, se puede tener desde luego un primer indicio sobre su naturaleza. Para una investigación sistemática se pueden seguir varios métodos, y principalmente el de Green (basado en el antiguo método de Weingärtner) y el de Rota modificado por Buzzi.

Esos métodos sistemáticos, que se exponen a continuación en sus líneas generales, permiten orientarse sobre la naturaleza de un color, y establecer a qué grupo corresponde; pero en cuanto a la identificación precisa del mismo, no es siempre fácil, tanto más cuanto que continuamente se introducen en el comercio nuevos colo-

res. Para esa identificación pueden servir las reacciones que se encuentran en tratados especiales (1).

Mas antes de proceder a la investigación sistemática, son precisos algunos ensayos preliminares, para saber si se trata de un color único o de una mezcla de varios colores (en cuyo último caso la identificación de los componentes es también más difícil). Tales ensayos preliminares son especialmente los siguientes:

a) Proyéctase un poco del color orgánico artificial que se desea ensayar, en polvo fino, sobre papel de filtro, previamente mojado de agua o de alcohol: en el caso de una mezcla se formarán manchas diversamente coloradas.

b) Se deja caer una pequeña cantidad de polvo del color en el ácido sulfúrico concentrado, contenido en una cápsula plana de porcelana: los gránulos, cayendo en el ácido, forman aureolas diversamente coloradas si se trata de una mezcla.

c) Suspéndense verticalmente tiras de papel secante de modo que su extremo inferior se introduzca en una solución diluída del color: si éste es una mezcla, al cabo de algún tiempo se obtendrán en el papel zonas diversamente teñidas.

d) Tíñense sucesivamente hebras de lana blanca bien desengrasada, con la solución del color, hasta agotamiento del mismo; las hebras se tiñen diversamente si se trata de una mezcla.

1. **Método Green** (2).—Los *reactivos* necesarios para la distinción de los grupos son:

1. Una solución que contenga 5 por 100 de tanino y 5 por 100 de acetato sódico.
2. Polvo de zinc.
3. Acido acético diluído (5 por 100).
4. Amoníaco diluído, acuoso (1 parte de amoníaco concentrado en 100 partes de agua) e hidroalcohólico (íd. en 50 partes de agua y 50 partes de alcohol).
5. Acido clorhídrico diluído (5 partes de ácido concentrado en 100 partes de agua).
6. Una solución que contenga 1 por 1000 de permanganato potásico y 2 por 1000 de ácido sulfúrico.
7. Una solución que contenga 100 gr de cloruro estannoso en 100 cm^3 de ácido clorhídrico concentrado y 50 cm^3 de agua.
8. Una solución de acetato de plomo al 5 por 100.

(1) Schultz G.: *Farbstofftabellen* (Berlín, 5.ª ed., 1914). Véanse también los tratados de Allen: *Commercial organic analysis*, vol. V (Londres, 4.ª ed.); Lunge-Berl: *Chemisch-techn. Untersuchungsmethoden*, vol. IV (Berlín, 6.ª ed.); Post-Neumann *Traité d'Analyse chimique, appl. aux essais industriels*, vol. III (Paris, 2.ª ed.).

(2) Ya publicado hace mucho tiempo (*Journ. Soc. chem. Industry*, 1893, pág. 3) y recientemente modificado y completado por el autor con la colaboración de A. E. Woodhead; Véase A. G. Green: *The analysis of dyestuffs* (Londres, 2.ª ed., 1916), pág. 41 y sigs. y tab. IV-VII.

9. Soluciones de sosa cáustica al 5 por 100 y al 1 por 100
10. Hidrosulfito sódico sólido.
11. Solución que contenga 10 por 100 de fluoruro de cromo y 5 por 100 de acetato sódico.
12. Acido fórmico diluído (1 por 100).
13. Alcohol de 95° y éter etílico.

Ensáyase ante todo si los colores son o no solubles en el agua; la solubilidad debe entenderse completa o casi completa en el agua hirviente.

En el caso de los *colores solubles en el agua*, a una solución del color (aproximadamente al 1 por 100) se agrega un poco de la solución tánica 1 antes citada. Si se forma un precipitado se está en presencia de *colorantes básicos* o *básicos con mordiente* (Grupo *A*). Si con la solución tánica no se forma precipitado, se ensaya si el color tiñe o no directamente el algodón no mordentado: a tal fin se hace hervir en un tubo de ensayo, por medio minuto, la solución del color (de la concentración señalada) con un pedazo de tejido de algodón blanco mercerizado, de unos 2 cm de lado, y luego se quita el tejido para hacerlo hervir durante un minuto con amoníaco diluído (1 : 100). Si el algodón queda teñido, se trata de *colorantes salinos* o de *colorantes al azufre solubles* (Grupo *B*); si el algodón no queda teñido (o queda débilmente teñido) se trata de *colorantes ácidos* o *ácidos con mordiente* (Grupo *C*).

En el caso de los *colorantes insolubles en el agua* (Grupo *D*) pueden entrar colorantes *de mordiente*, *a desarrollo*, *al azufre*, *a la tina*.

Para cada uno de los cuatro grupos mencionados se procede luego como se expone a continuación.

A. Colorantes básicos y básicos con mordiente.—Trátase la solución caliente del color (al 1 por 100 aproximadamente) con un poco de polvo de zinc, se agregan algunas gotas de ácido acético diluído, agitando, y se observa si la solución se decolora. En el caso afirmativo, que es el más común, se dejan caer algunas gotas de la solución decolorada sobre un papel de filtro, y se observa si la coloración reaparece al aire en 1 ó 2 minutos, o si no reaparece al aire, o sólo lo hace muy lentamente, pero sí reaparece humedeciendo el papel con una gota de la solución ácida de permanganato indicada antes con el número 6, o si la coloración no reaparece de ningún modo. En el caso de que el color de la solución haya quedado inalterado con zinc y ácido acético, se repite la reducción con zinc y ácido clorhídrico diluído en caliente.

De los resultados de estos ensayos y de otros subsiguientes, como en algún caso con la solución de fluoruro de cromo número 11 ya indicada, se deduce la naturaleza del color como está señalado en la Tab. XLVI, pág. 592.

B. COLORANTES SALINOS Y COLORANTES AL AZUFRE SOLUBLES.— Una pequeña cantidad del color en examen se trata con la solución de cloruro estannoso 7 antes indicada, en un tubo de ensayo con la boca tapada con un retazo de papel de filtro cuyo centro se habrá humedecido con una gota de solución de acetato de plomo, y se calienta poco a poco hasta la ebullición incipiente, observando si se forma sobre el papel una mancha parda irisada. En caso afirmativo se está en presencia de colores al azufre solubles; en caso contrario se trata de colores salinos y se procede al ensayo de reducción con polvo de zinc y ácido acético y subsiguiente reoxidación al aire, deduciendo de los resultados de estos ensayos la naturaleza del color, como está expuesto en la Tab. XLVII, pág. 593.

C. COLORANTES ÁCIDOS Y ÁCIDOS CON MORDIENTE.—Trátase la solución del color con polvo de zinc y ácido acético, del modo ya indicado, y se observa si el color queda inalterado o si hay decoloración o cambio de color. Si hay decoloración, se observa si el color primitivo reaparece espontáneamente al aire, o por adición de permanganato ácido, o no reaparece de ningún modo; y en este último caso se procede a un ensayo de tintura de lana mordentada y no mordentada. A tal fin se inmergen en la solución del color, adicionada de una o dos gotas del ácido fórmico diluido 12 antes indicado, pedacitos de tejido de lana blanca, desengrasada, de unos 2 cm de lado y pedacitos del mismo tejido mordentado (haciéndolo hervir por 1 hora en una solución que contenga bicromato potásico en cantidad de 3 por 100 del peso de la lana). Caliéntase a la ebullición, mantiénese por un cuarto de hora en baño de agua hirviente, luego se lavan y se hierven los pedacitos de tejido con el amoníaco diluído 4 antes indicado (hidroalcohólico en el caso de colores negros), y se observa si el tejido queda teñido. Si el amoníaco expulsa el color de ambos tejidos, se trata de colorantes ácidos; si el tejido mordentado queda teñido, de colorantes ácidos al mordiente.

De los resultados de estos ensayos, y a veces de otros subsiguientes, se deduce la naturaleza del color, como está indicado en la Tab. XLVIII, pág. 594.

D. COLORANTES INSOLUBLES EN EL AGUA.—Caliéntase una pequeña cantidad del color en examen con solución de sosa cáustica al 5 por 100 y se observa si es soluble o no.

En caso afirmativo, se agregan a la solución alcalina un poco de polvo de zinc y un poco de amoníaco y se hierve: la solución se decolora o bien vira al amarillo obscuro o al pardo; se observa después si el color primitivo reaparece o no al aire. Para la ulterior subdivisión sirve el ensayo ya descrito con cloruro estannoso.

Si el colorante es insoluble en la sosa cáustica, se prueba si es soluble en alcohol de 95° a la ebullición. Para la ulterior subdivisión se recurre, si se trata de colorantes solubles en alcohol, al ensayo

TABLA XLVI. *A)* **Colorantes básicos y básicos con mordiente**

| | | Se trata la solución del color con polvo de zinc y ácido acético | | |

TABLA XLVII

B) Colorantes salinos y al azufre solubles

Se trata el color con cloruro estannoso, haciendo actuar los vapores que se desprendan sobre un papel humedecido con acetato de plomo								
El papel se ennegrece: *Colorantes al azufre*	El papel no se ennegrece o casi no se ennegrece: *Colorantes salinos*. Se trata la solución del color con polvo de zinc y ácido acético							
	El color se reduce muy lentamente e incompletamente: *Colorantes del tiazol*	Se decolora; el color reaparece al aire: *Colorantes derivados del estilbeno*	Se decolora; el color no reaparece al aire: *Colorantes azoicos*. La solución del colorante es					
			roja	amarilla, anaranjada o parda	verde	azul	violeta	negra
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Colores auranol, cross-dye, eclipse, immedial, catígenos, criógenos, pirógenos, tiógenos, tiónicos	Primulina, Tioflavina S; Amarillos de cloramina, oriol, Colombia, dianilo, tiazol, oxidiamina, sólido diamina B, 2 F, M; Clorofenina, Mimosa, Nitrofenina	Amarillos de naftamina, directo, Mikado, sol, sólido diamina A, sólido difenilo; Anaranjados Mikado, de cloramina, estilbeno; Difenilcrisofina, Difenilcitronina	Colores rosa, rojos, escarlatas, granates, Burdeos, corinto, rubíes y marrones de las series benzo, cloramina, clorantina, clorazol, Colombia, Congo, para algodón, diamina, dianilo, difenilo, directos, formal, naftamina, oxamina, oxidiamina, para, rosantreno, sultán, titán, toluileno, etc.; Rojos autocromo, de antraceno; Benzopurpurina, Purpurina brillante, Erica, Geranina, Rosazurina	Colores amarillos, anaranjados, catequina y pardos de las series benzo, catecú, Chicago, clorazol, Congo, para algodón, cupra..llo, diamina dianilo, difenilo, naftamina, oxamina, oxidiamina, para, pluto, piramina, toluileno, Zambeze, etc.; Anaranjados autocromo, brillante, polar; Amarillos brillante, cresotina, polar; Crisamina, Crisofenina, Pardos directos	Colores verdes y oliva de las series benzo, cloramina, clorantina, clorazol, Colombia, diamina, dianilo, difenilo, directos, Eboli, naftamina, oxamina, para, etc.	Colores azules, negro azules, cianinas, azurinas de las series benzo, Chicago, cloramina, clorantina, clorazol, Colombia, Congo, Coomassia, para algodón, diamina, diamineral, dianilo, difenilo, directos, Eboli, formal, naftamina, oxamina, para, solamina, toluileno, Zambeze, etc.; Azules autocromo B, cupramina brillante, Diaminógenos; Diazurina, Indazurina, Naftazurina	Colores violeta y heliotropo de las series benzo, Congo, cloramina, clorazol, Colombia, diamina, dianilo, difenilo, directos, formal, naftamina, oxamina, oxidiamina, para, rosanteno, etc.; Malva azoico, Violeta azoico	Colores negros y grises de las series benzo, cloramina, clorazol, Colombia, Coomassia, para algodón, diamina, diamineral, dianilo, directos, formal, ingrain, naftamina, oxamina, oxidiamina para, pluto, titán, toluileno, Zambeze, etc.; Melanterina

TABLA XLVIII — C) Colorantes ácidos y ácidos sobre mordiente

La solución del color se trata con polvo de zinc y ácido acético																			
No se altera: *Colorantes de la quinolina*	Se decolora															No se decolora, pero cambia de tinte: *Colores de antraceno.* La solución reducida es			
	La coloración primitiva reaparece al aire: *Acinas, Oxacinas, Tiacinas, Colorantes de la pirona*	La coloración primitiva reaparece humedeciendo con permanganato ácido: *Colorantes del trifenilmetano y de la pirona.* Se acidula la solución acuosa del color con ácido clorhídrico y se extrae con éter		La coloración primitiva no reaparece: *Colorantes azoicos, Nitro-* y se hace hervir el tejido con amoníaco diluido						*Nitrosocolorantes.* Se tiñe la lana mordentada y no mordentada y								
		El éter toma color	El éter no toma color	El color es extraído de ambos tejidos: *Colorantes ácidos.* La solución del colorante es						El color no es extraído o lo es apenas del tejido mordentado: *Colorantes ácidos sobre mordiente.* La solución del colorante es						roja	de amarillo-clara a anaranjada; por adición de algunas gotas de hidrato sódico al 5%	
				roja	amarilla, anaranjada o parda	verde	azul	violeta	negra	roja	amarilla, anaranjada o parda	verde	azul	violeta	negra		no cambia	El color se vuelve más intenso y vira al azul
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
Amarillos de quinolina, de quinaldina																		
	Indulinas y Nigrosinas solubles; Rosindulinas, Azocarmín; Indocromina; Azules naftil, delfín; Lanoglaucina; Cianina ácida; Verde de alizarina B; Violeta ácido sólido; Violaminas; Tiocarmín; Carmín de índigo																	
			Uranina, Eosina, Metileosina, Escarlata de eosina, Eritrosina, Flocsina, Rosa Bengala, Cianosina, Violeta metacromo															
			Eosina, Flocsina, Rosamina y Rodamina ácidas; Fucsina ácida; Violetas ácidos, alcalinos, Guinea; Azules alcalinos, solubles, al agua, patentados, Neptuno, xileno, metilo, para lana; Cianina, Eriocianina, Erioglaucina; Erioviridina; Verdes ácidos, Guinea, Neptuno, para lana, agalma, alcalino sólido														
				Rojos naftol, ácido azoico, cromazona, sólido, Guinea, para lana; Escarlatas de Biebrich, doble brillante, de croceína, palatino, Victoria, para lana; Amaranto, Azococcina, Azoeosina, Azofucsina, Lanafucsina, Cochinilla brillante, Croceína brillante, Eriocarmín, Eriofloxina													
					Amarillos Martius, naftol S, Victoria; Tartracina; Amarillos sólidos, brillante, azoico, metanilo; Tartrafenina; Azoflavina; Anaranjados II, IV, sólidos, brillante, de croceína; Pardos ácido, sólido, resorcina, Guinea, Neptuno, para lana													
						Verde naftol G												
							Azules azoicos, para paño, erio sólido brillante, lanacil; Negro-azules Domingo, cresol, naftol, naftilamina, fenilo; Azocianina, Ortocianina											
								Violetas azoico ácido, Domingo, etilo ácido, lanacil, omega, Victoria, para lana; Púrpura erio sólido									
									Negros ácido, agalma, alfanol, amidonaftol, antracita, azoicos, de Biebrich, Coomasia para lana, Guinea, cresol, naftol, naftilamina, palatino, fenilamina, sulfocianina, tolil, Victoria, para lana									
										Rojos ácidos al cromo, de antraceno, de alizarina, de antraceno al cromo, diamante, eriocromo, omega, palatino al cromo; Granates ácido de alizarina, sólido al cromo; Burdeos sólido al cromo, eriocromo; Oliva eriocromo; Violetas palatino al cromo, de antraceno al cromo; Azules al cromo									
											Amarillos de alizarina, de antraceno, de azoalizarina, al cromo, eriocromo, metacromo; Anaranjados de antraceno, de azoalizarina, al cromo, diamante, salicina: Fosfina eriocromo; Pardos de antraceno, ácido de alizarina, eriocromo, al cromo								
												Verde al cromo G						
													Cromocianinas; Azules metacromo, palatino al cromo					
														Verdes ácido de alizarina 2 B, al cromo, diamante, eriocromo, Chipre; Violetas oxicromo, eriocromo, ácido de alizarina, sólido al cromo; Azules monocromo, oxicromo, salicina					
															Negros ácido de alizarina y de antraceno, al cromo ácido, de antraceno al cromo, al cromo sólido, diamante, eriocromo, monocromo, omega al cromo, oxicromo, palatino al cromo, salicina				
																Alizarincianol E F, Alizarinsafirol, Alizarincianina directa, Antracianina, Antrazurol brillante; Azules directo de alizarina E B; E 3 B, de antraquinona; Verde de alizarina G.			
																	Alizarinastrol, Alizarinuranol, Alizarincianol B, Alizarinirisol, Alizarín geranol, Alizarinrubinol, Alizarinviridina; Azul directo de alizarina B; Violetas de alizarincianol, directo de alizarina, de antraquinona; Verdes de alizarincianina, de alizarina brillante, directo de alizarina, de antraquinona, monocromo		
																		Rojos de alizarina S; Anaranjado de alizarina S W; Alizarincianina brillante; Azules de alizarina S, de antraceno S; Verdes de alizarina S; Negro de alizarina S; Ceruleína S		

TABLA XLIX

D) Colorantes insolubles en el agua

Se trata en caliente el color con hidrato sódico al 5 %

Se disuelve. Se hierve la solución alcalina con polvo de zinc y amoníaco			No se disuelve. Se trata el color con alcohol de 95° a la ebullición					
			Se disuelve. Se trata la solución alcohólica con polvo de zinc y ácido acético			No se disuelve. Se trata el color con cloruro estanoso exponiendo a los vapores el papel al acetato de plomo		
Se decolora o vira al amarillo obscuro o al pardo; al color primitivo reaparece al aire. Se trata el color con cloruro estannoso, haciendo llegar los vapores a un papel al acetato de plomo		Se decolora; el color no reaparece al aire: *Nitroso y Azocolorantes con mordiente*	El color queda inalterado: *Colorantes de la quinolina*	Se decolora; el color reaparece al aire o con permanganato ácido: *Acinas, Colorantes del trifenilmetano*	Se decolora permanentemente: *Nitro- y Azo colorantes*	El papel se ennegrece: *Colorantes al azufre a la tina*	El papel no se ennegrece: Se trata el color con hidrosulfito sódico y con hidrato sódico al 1 %. El color se disuelve: *Colorantes a la tina*	
El papel se ennegrece: *Colorantes al azufre*	El papel no se ennegrece: *Colorantes con mordiente del antraceno, de la pirona y de las oxacinas*						Solución amarilla o anaranjada clara: *Indigoides*	Solución de color obscuro: *Colorantes de antraceno y de naftaceno*
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Colores auranol, cross-dye, eclipse, immedial, catígenos, criógenos, pirógenos, tiógenos, tiónicos	Alizarina, Antrapurpurina, Flavopurpurina, Purpurina; Pardo y Azul de antraceno; Granate, Marrón, Azul, Burdeos, Negro y Pardo de alizarina; Alizarincianina, Negro de alizarincianina; Galocianina, Galoflavina, Resoflavina, Galeína, Ceruleína							
	Amarillo de alizarina 2 G, R; Amarillo de antraceno 2 G; Gambina, Dioxina; Verdes de Rusia, de Alsacia, de resorcina; Viridon FF							
			Amarillo de quinolina soluble en el espíritu					
				Indulinas y Nigrosinas solubles en el espíritu; Negro y Azul al espíritu; Negro para aceite; Melasina				
					Colores Sudán; Amarillos para aceite, para manteca; Anaranjado, Rojo, Escarlata, Granate para aceite; Colores litol, pigmento, Hansa; Rojos autol, helio sólido, para laca, permanentes			
						Azules, Pardo, Oliva, Violeta hidrona; Negro, Azul, Pardo, Verde, Oliva cibanona; Oliva indantreno; Pardo algol B; Oliva y verde obscuro algol; Pardo y verde obscuro leucol; Negro helindona, Anaranjado helindona D, Azul helindona 3 R; Negro indocarbón		
							Índigo, Bromoíndigo, Índigo brillante, Índigo de alizarina; Colores tina de las series ciba, helindona, tioíndigo; Escarlata algol; Verde tioíndona; Rojo tina	
								Colores tina de las series algol e indantreno; Anaranjado cibanona; Antraflavona; Escarlata sólido helindona C, Anaranjado helindona G R N, Negros helindona G, 2 R G, Amarillo helindona R N, Pardos helindona A N, C R; Amarillos ciba G, 2 R, 5 R, índigo 3 G; Rojo ciba R; Escarlata ciba G; Pardo ciba R; Pardo leucol B; Verde obscuro leucol B; Amarillo leucol G; Escarlata tioíndigo 2 G; Amarillo sirio; Amarillos y Rosa sólidos helio

con polvo de zinc y ácido acético; para los insolubles en el alcohol, al ensayo con cloruro estannoso y con hidrosulfito sódico. Este último se practica calentando un poco de substancia a unos 80° por 5-10 minutos, con cantidad aproximadamente igual de hidrosulfito sódico sólido y con un poco de solución de sosa cáustica al 1 por 100; la substancia se disuelve reduciéndose a leucoderivado, del cual se observa el color.

El procedimiento está resumido en la Tab. XLIX de la pág. 596.

II. Método Rota-Buzzi (1). —Para la primera distinción en grupos, que se funda en la acción reductora del cloruro estannoso en presencia de ácido clorhídrico, y subsiguiente prueba de reoxidación, se necesitan los siguientes *reactivos*:

1. Solución de cloruro estannoso, obtenida disolviendo el estaño en ácido clorhídrico concentrado y diluyendo luego con 3 partes de agua.
2. Solución de hidrato sódico al 10 por 100.
3. Solución de cloruro férrico al 10 por 100.

Se observa ante todo si el color en examen es reducido por el cloruro estannoso. A tal fin, a unos 5 cm³ de solución acuosa o hidroalcohólica diluída (a 1 : 10000 aproximadamente) del color se agregan 5-10 gotas de ácido clorhídrico concentrado y luego otro tanto de solución de cloruro estannoso, y se calienta, agitando, hasta incipiente ebullición.

Si hay decoloración, se divide en dos porciones la solución así reducida y se observa si el color primitivo reaparece por agitación al aire, después de neutralizar con hidrato sódico, o mediante tratamiento con cloruro férrico. Si el color no reaparece, se trata de *Colorantes reducibles y no reoxidables* (Grupo *A*); si el color reaparece, se trata de *Colorantes reducibles a leucoderivados y reoxidables* (Grupo *B*).

Si el cloruro estannoso no produce decoloración, se trata de colores no reducibles (*Colorantes carboquinónicos*). En tal caso se agrega a un poco de la solución primitiva del color hidrato sódico en exceso, calentando si es necesario; si la solución se decolora más o menos o precipita, se trata de *Colorantes aminicos* (Grupo *C*); en cambio si el color y la solubilidad aumentan, se trata de *Colorantes fenólicos* (Grupo *D*).

Para cada uno de los cuatro grupos mencionados se procede luego como está indicado más adelante; pero antes se investiga tam-

---

(1) G. Rota: Nuovo metodo di analisi delle materie coloranti artificiali derivate dal catrame, *L'Industria*, 1891, pág. 698, y *Rivista d'igiene e sanitá pubblica*, IV, 1893, pág. 789. Buzzi: comunicación privada de un trabajo inédito y *Atti del 2.° Congresso naz. di Chim. appl. in Torino* (1911), pág. 515. Véase también la relación de F. Reverdin a la Comisión internacional de análisis (Subcomisión XI) en el Congreso internacional de Química apl., en Nueva York (1912).

bién la naturaleza del color según sus propiedades tintóreas, mediante pruebas de tintura sobre lana y algodón no mordentados, sobre lana mordentada con sulfato de aluminio y crémor tártaro, sobre lana mordentada con fluoruro de cromo y cremor tártaro, sobre algodón mordentado con tanino y sucesivamente con tártaro emético, sobre algodón mordentado al acetato de aluminio y sobre algodón mordentado al acetato de plomo. De tales pruebas se deduce lo indicado en el siguiente esquema:

El algodón y la lana, hasta no mordentados, se tiñen en baño de color adicionado de sulfato de sodio; la lana natural teñida cede el color, en medio ligeramente alcalino, al algodón blanco . . . . . — *Colorantes substantivos*

El algodón no mordentado se tiñe poco o nada en baño de color adicionado de sulfato de sodio, aun acidificado con ácido acético

- **La lana natural y la mordentada se tiñen igualmente en baño adicionado de sulfato de sodio y acidificado con ácido acético**
  - El algodón mordentado al aluminio o al cromo no se tiñe, el al tanino se tiñe fuertemente en baño como arriba; la lana natural teñida cede en medio ligeramente alcalino el color al algodón mordentado al tanino . . . . — *Colorantes básicos*
  - El algodón mordentado se tiñe poco o nada; la lana natural teñida no cede el color en medio ligeramente alcalino al algodón blanco y recobra por acidificación el color cedido al medio alcalino. . . . . — *Colorantes ácidos*
- **La lana natural se tiñe en baño como arriba, pero el tinte es poco resistente al jabón; la lana mordentada se tiñe más intensamente y da tinte más resistente; el tinte varía al variar los mordientes**
  - El algodón mordentado se tiñe poco intensamente . . . . . — *Colorantes fenólicos ácidos*
  - El algodón mordentado al tanino se tiñe poco o nada, el al aluminio y al cromo se tiñe fuertemente. . . . . — *Colorantes fenólicos verdaderos*

He aquí ahora el procedimiento que se ha de seguir para cada uno de los cuatro grupos *A*, *B*, *C*, *D* precedentemente indicados.

A. COLORANTES REDUCIBLES Y NO REOXIDABLES.—Pertenecen a este grupo los nitro-, nitroso-, azo-, azoxi- e hidrazocolorantes, que se distinguen como está indicado en la siguiente Tab. L.

TABLA L.—*A)* **Colorantes reducibles y no reoxidables**

La solución del colorante se tiñe de anaranjado con álcali; el colorante deflagra al calentarlo; la lana se tiñe en baño ácido: *Nitrocolorantes*			La solución alcohólica da coloración azul con fenol y ácido sulfúrico concentrado (Reacción de Liebermann); con sulfato ferroso laca verde: *Nitrosocolorantes*	La solución no da las reacciones indicadas para las dos subdivisiones precedentes: *Azo-, Azooxi- e Hidrazocolorantes*				
El éter extrae el color de la solución alcalina: *Nitraminas*	El éter no extrae el color de la solución alcalina: *Nitrofenoles*			*Básicos*	*Ácidos*	*Fenólicos ácidos*	*Fenólicos*	*Substantivos*
	El éter extrae el color de la solución ácida: *no sulfonados*	El éter no extrae el color de la solución ácida: *sulfonados*						
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Aurancia	Ácido pícrico, Amarillo Victoria, Amarillo Martius	Amarillo naftol S	Verde naftol B, Dioxina, Gambina	Pardo Bismarck, Crisoidina, etc.	Azoflavina, Anaranjado de croceína, Punzós, Escarlatas, Sucedáneos de la orchilla, Rocellina, Violeta azoico ácido, etc.; Tartracina	Amarillo diamante, Rojo para paño, Cromotropos, etc.	Flavina diamante G, Amarillos de alizarina G G W y R W, etc.	Colores benzo, diamina, Congo, Colombia, directos, oxamina, oxidiamina, etc.; Amarillo y Anaranjado Mikado, Curcumeína

B. COLORANTES REDUCIBLES Y REOXIDABLES.—Corresponden a este grupo los colorantes quinonimídicos, y además el carmín de índigo. Para el ulterior examen se procede como está indicado en la siguiente Tab. LI.

TABLA LI.—*B)* **Colorantes reducibles y reoxidables**

La reducción con el cloruro estannoso y ácido clorhídrico se verifica fácilmente en frío			La reducción con cloruro estannoso y ácido clorhídrico se verifica difícilmente y solamente en caliente: *Acinas*	
El colorante no contiene azufre, y tiene carácter básico o fenólico: *Indaminas*, *Indofenoles*, *Oxacinas*	El colorante contiene azufre (no en forma sulfónica), y tiene carácter básico, fenólico ácido o ácido: *Tiacinas*	El colorante es sulfonado	*Básicas*	*Ácidas*
1	2	3	4	5
Azules metileno nuevo G G, Nilo, nuevo, Capri; Galocianina, Fenocianina, etc.	Azules metileno, metileno nuevo N, de alizarina brillante; Tiocarmín, etc.	Carmín de índigo	Safranina, Heliotropo al tanino, Rojo de Magdala, Verde acina; Indulinas y Nigrosinas solubles en el espíritu, etc.	Rosindulinas, Azocarmín; Indulinas y Nigrosinas solubles en el agua, etc.

C. COLORANTES NO REDUCIBLES, AMÍNICOS (AMINOCARBOQUINÓNICOS).—Entran en este grupo los derivados amínicos del di- y trifenilmetano, los colorantes de la acridina, de la quinolina y del tiazol, que se distinguen como está indicado en la siguiente Tab. LII.

TABLA LII.—*C)* **Colores no reducibles amínicos**

El éter extrae el color de la solución acuosa o hidroalcohólica ligeramente alcalinizada; el extracto etéreo agitado con ácido acético lo colora en				El éter no extrae el color de la solución alcalina (el extracto etéreo agitado con ácido acético no da coloración)	
amarillo o anaranjado, con fluorescencia: *Colorantes de acridina*	amarillo sin fluorescencia: *Auraminas*	rojo con fluorescencia: *Pironinas, Rodaminas*	rojo, violeta, verde o azul, sin fluorescencia: *Colorantes del trifenilmetano*	El color se fija sobre la lana en baño ácido (colorante ácido): *Colorantes del trifenilmetano sulfonados*	El color se fija directamente sobre el algodón (color substantivo): *Colorantes del tiazol*
1	2	3	4	5	6
Amarillo y Anaranjado de acridina, Benzoflavina, Fosfina, etc.	Auramina	Pironina: Rodaminas, Rodinas, etc.	Fucsina; Violetas metilo, etilo, regina; Azules de anilina, Victoria; Verdes malaquita, metilo, brillante, Victoria; etc.	Fucsina ácida, Violeta ácido; Verdes ácido, Guinea; Azules alcalino, marino, etc.	Tioflavina, Policromina

BIBLIOTECA PROVINCIAL BURGOS

D. COLORANTES NO REDUCIBLES, FENOLICOS (OXICARBOQUINÓNICOS).—A este grupo corresponden las ftaleínas, los derivados oxhidrílicos del trifenilmetano, los colorantes oxicetónicos; también corresponderían al mismo muchas substancias vegetales (por ejemplo las del palo amarillo, del quercitrón, del fustete, de los granos amarillos, de la gualda, etc.). Por lo que se refiere a los colores artificiales, el grupo puede subdividirse como se indica en la siguiente Tabla LIII.

TABLA LIII

D) **Colorantes no reducibles fenólicos**

Se trata la solución hidroalcohólica del color con algunas gotas de solución diluidísima de cloruro férrico (1 : 1000)

La solucion queda inalterada o casi		La solución vira al verde o al violeta *Colorantes oxicetónicos*	
El color no se fija establemente sobre lana; la solución alcohólica, aun alcalinizada, no es fluorescente: *Colorantes del trifenilmetano*	El color tiñe la lana en baño ácido; la solución alcohólica, o la alcalina, es de ordinario fluorescente: *Ftaleínas*	La substancia da con potasa cáustica diluída solucion amarilla: *Colorantes monocetónicos*	La substancia da con potasa cáustica diluída solución roja, violácea, azul o verde: *Colorantes quinónicos*
1	2	3	4
Aurina, Coralina	Eosinas, Eritrosinas, Flocsina, Rosa Bengala	Amarillo de alizarina A, diversos colorantes naturales	Alizarina. Colores de alizarina y de antraceno

2. Investigación de las substancias extrañas en los colores

Entre las substancias extrañas que pueden hallarse en los colores orgánicos artificiales (además del agua, especialmente en los en pasta), algunas pueden provenir del proceso de fabricación, como el cloruro y el sulfato de sodio; otras, como el cloruro de zinc y el cloruro férrico, pueden formar parte integrante de algunos colores, que se preparan en forma de sales dobles de dichos cloruros; otras pueden constituir mordientes mezclados con el color, por ejemplo sales de aluminio, de hierro, de cromo, de antimonio, de cobre. crémor tártaro, tanino, etc.

Varias substancias, como el carbonato de sodio (especialmente en las eosinas), el sulfato de magnesio, la dextrina, el almidón, la glucosa, el azúcar, pueden haberse agregado a los colores para graduar el tinte o como densificantes; otras para facilitar su uso con determinados fines, como substancias grasas, ácidos grasos, parafina o ceresina (en los colores para grasas y ceras).

Por fin, varias de las substancias ya citadas pueden haberse añadido a los colores orgánicos para sofisticarlos, y con el mismo fin se pueden hallar mezcladas con ellos otras substancias, como oxalato potásico y ácido oxálico (que han sido encontrados en la fucsina), polvos de bronce (en los colores de reflejos metálicos). El arsénico puede hallarse como impureza en algunos colores de anilina, y especialmente en algunas fucsinas.

La investigación y si precisa la determinación de las principales substancias extrañas antes citadas, se verifica según los métodos siguientes:

1. **Determinación del agua.** — Se lleva a cabo en los colores en pasta desecando un peso conocido de substancia a 100° hasta peso constante.

2. **Investigación y determinación del cloruro de sodio.** — Descubrirlo mediante el nitrato de plata en la solución del color acidulada con ácido nítrico no puede hacerse en todos los casos, porque muchos colores básicos están en forma de clorhidratos y por esto dan la reacción del cloro con el nitrato de plata. En estos casos hay que quemar cautamente el color, o carbonizarlo completamente, tratar el residuo con agua, filtrar y en el filtrado buscar el cloro y el sodio por los métodos usuales.

Algunos colores que contienen halógenos, como las eosinas, pueden dejar cenizas que contengan sales haloideas. En tal caso, para buscar el cloruro sódico, se puede agotar con éter la solución del color, acidificada con ácido sulfúrico, y luego reconocer el cloro y el sodio en el líquido acuoso.

En el caso de colores solubles en el alcohol, basta tratarlos con este disolvente y buscar la sal en el residuo insoluble.

Si se quiere determinar cuantitativamente el cloruro sódico, se siguen los mismos métodos, partiendo de una cantidad pesada de color y determinando el cloro en las cenizas o en el líquido ácido agotado con éter, con los procedimientos usuales. De la cantidad de cloro se deduce el cloruro sódico (1 parte de cloro = 1,6486 partes de cloruro sódico).

3. Investigación y determinación del sulfato de sodio. — La presencia de esta sal en las cenizas de un color, no es siempre indicio de una adición de sulfato sódico al color, porque también los colores sulfónicos dejan abundantes cenizas que contienen sulfato sódico. El reconocimiento de la sal agregada se debe por lo tanto hacer por los métodos siguientes:

A la solución del color, acidulada con ácido clorhídrico, se agrega cloruro de bario, que da un precipitado que contiene, además del sulfato de bario si existía sulfato sódico, la sal de bario del color sulfonado. Recógese el precipitado en un filtro, se trata con carbonato amónico, que transforma el sulfonato en carbonato de bario; se lava la parte insoluble, se trata con ácido clorhídrico diluído, que disuelve el carbonato de bario; un residuo de sulfato de bario será debido a la presencia del sulfato de sodio mezclado con el color.

Partiendo de una cantidad pesada del color, y pesando después el sulfato de bario obtenido, una vez convenientemente lavado, secado y calcinado, se puede conocer la cantidad de sulfato sódico agregado (1 parte de sulfato de bario = 0,6086 partes de sulfato de sodio).

En el caso de colores azoicos se puede tratar la solución acuosa con cloruro sódico purísimo, de modo que se precipite completamente el color sulfónico, y en el líquido filtrado buscar el sulfato sódico por los medios usuales.

En el caso de colores solubles en el alcohol, basta tratar el color con alcohol: el sulfato sódico agregado queda sin disolver.

4. Investigación del sulfato de magnesio. — Búscase la magnesia en las cenizas; su presencia es indicio de la adición de sulfato de magnesio al color.

5. Investigación de los carbonatos alcalinos. — Un color mezclado con carbonatos alcalinos da efervescencia con los ácidos. Puede determinarse el anhídrido carbónico y de éste deducir el carbonato.

6. Investigación y determinación de la dextrina. — Reconócese la presencia de dextrina por su olor especial, más sensible todavía si se disuelve el color en agua caliente o se calienta directamente en un tubo de ensayo.

Para la determinación, se toman 1-2 gr del color, se tratan con alcohol de unos 95°, se deja sedimentar, se decanta el líquido; el residuo se disuelve en muy poca agua y se precipita con alcohol; se

decanta el líquido, se lava el residuo con alcohol, se seca a 100° y se pesa. Confírmase que está formado por dextrina disolviéndolo en agua y observando al polarímetro.

Si el color es insoluble en el agua, basta tratar con agua y buscar y determinar la dextrina en el líquido acuoso.

7. Reconocimiento del almidón. — Trátase en frío el color con agua o con alcohol; el residuo insoluble se examina al microscopio.

8. Reconocimiento de la glucosa y del azúcar. — Tratándose de colores insolubles en el agua, se buscan esas substancias en el agua con que se ha lixiviado el color. En los colores solubles en el agua y en el alcohol, se puede tratar en frío con alcohol absoluto (mejor adicionado de un poco de éter) y examinar el residuo insoluble.

Se puede también tratar una solución acuosa del color con acetato básico de plomo (si el color es básico, conviene precipitarlo antes con tanino), eliminar el exceso de plomo, filtrar, y buscar y determinar en el líquido los azúcares con el sacarímetro o con el licor de Fehling.

9. Investigación de las grasas, ácidos grasos, parafina, ceresina. — Trátase la substancia en frío con éter; se filtra y se lava con éter el residuo insoluble. El líquido etéreo se agita en un separador con ácido clorhídrico bastante concentrado, separando el estrato acuoso ácido y repitiendo el tratamiento hasta que el líquido etéreo quede lo más decolorado posible; se agita luego repetidamente con agua para eliminar el exceso de ácido, se filtra el líquido etéreo con filtro seco y se evapora el éter. El residuo obtenido se examina, determinando sus números de acidez y de saponificación, y si hay caso, separando las substancias insaponificables y observando sus propiedades.

10. Rebusca del arsénico. — Puede emplearse el aparato de Marsh (V. Cap. Carnes). Para la determinación se trata una solución acidulada del color con agua de bromo, y luego con amoníaco en exceso; se filtra, si es necesario, se agrega la mixtura magnesiana y se procede como de costumbre.

11. Investigación de los metales pesados. — Se lleva a cabo en las cenizas, pero recordando que la presencia del hierro y del zinc puede depender de la naturaleza de algunos colores, que son sales dobles con cloruro férrico o cloruro de zinc (V. más atrás).

3. Valor tintóreo de los colores

Además de la investigación de las substancias extrañas, conviene también la determinación de cuanta substancia colorante real está contenida en un color y si éste corresponde, por sus propiedades tintóreas, a lo requerido por quien debe adoptarlo.

Para tener los datos necesarios para poder contestar convenien-

temente, hay que hacer las pruebas 1 y 2 en confrontación con un color *tipo* del mismo género del examinado, que tenga la pureza y el valor deseados.

1. Ensayo colorimétrico. — Pesos iguales del color en examen y del color tipo se disuelven en cantidades iguales de agua o de alcohol, luego se compara la intensidad de tinte de las dos soluciones por medio de un colorímetro.

2. Pruebas de tintura. — Con el color en examen y con el color tomado como tipo, se tiñen cartidades iguales de hilados o de tejidos, de lana, de seda, de algodón, según el uso a que el color esté destinado, y luego se comparan los tintes obtenidos.

Hay que advertir que las pruebas de tintura no dan resultados atendibles si no se realizan en condiciones idénticas con el color examinado y con el tipo, por cuanto se refiere a la concentración y a la temperatura del baño, las substancias agregadas a éste, la duración de la operación, los tratamientos preliminares (por ejemplo, el modo de mordentar) y sucesivos (lavado, enjugamiento, etc.).

Si en tales pruebas el color en examen ha dado un tinte menos intenso que el tipo, se repite la operación empleando, para la misma cantidad de fibra, cantidades gradualmente menores del color tipo, con objeto de formar una escala de tintes de confrontación, para establecer a cual de ellos corresponde el tinte obtenido con el color en examen.

Claro está que el procedimiento de tintura varía según la clase de colores (basicos, ácidos, con mordiente, substantivos). Pero para sentar conclusiones seguras, hay que seguir, en las pruebas en pequeña escala, el mismo procedimiento que se emplearía en la tintura industrial, y que está de ordinario indicado en las instrucciones con las cuales las casas productoras acompañan los colores que entregan al comercio.

3. Resistencia a los diversos agentes. — Las pruebas de resistencia se hacen fijando el color sobre algodón o sobre lana y ensayando después como está indicado más adelante (V. Cap XVI, Fibras textiles, Examen de la resistencia de los tintes).

CAPÍTULO XVI

FIBRAS TEXTILES, HILADOS, TEJIDOS

De las numerosas fibras textiles conocidas, pocas relativamente tienen importancia comercial; entre éstas las principales son: el algodón, el lino, el cáñamo, el ramio, el yute, la lana, la seda, la seda artificial. Con estas fibras textiles se preparan varios tipos de hilados, con los cuales se fabrican las diversas clases de tejidos.

Los ensayos a que se someten estos productos tienen por fin la determinación de su valor y el examen de los requisitos que los hacen adecuados a su uso. Estos ensayos se pueden reducir a tres series de observaciones, a saber: el examen microscópico, el examen químico, el examen físicomecánico

1. Examen microscópico

Como para los almidones también para las fibras textiles el microscopio da el medio más seguro de indagación para su reconocimiento. Por lo que respecta, en general, a la técnica para el uso del microscopio, se remite a cuanto ya se ha expuesto para el examen de las harinas, limitándose aquí a lo que particularmente se refiere al examen de las fibras textiles.

El aumento conveniente en estas observaciones es de unos 250 diámetros. Pero hay que proceder antes a un examen con un aumento menor, de 50-60 d., para extender la observación simultáneamente sobre una longitud mayor de las fibras. Un pequeño aumento es también necesario cuando se trata de hallar algún punto particularmente interesante, como por ejemplo la extremidad de las fibras. En las láminas que acompañan a este capítulo se han agrupado las figuras de las diversas fibras, tomadas con el aparato para dibujar con un aumento de unos 140. Pero siempre será útil poseer una colección de fibras de segura procedencia, para poder verificar exámenes de confrontación (1).

(1) Una publicación de consulta útil para el asunto en cuestión es el *Studio microscopico e chimico per il riconoscimento delle fibre* por A. Solaro (Milán, 1914).

1. Instrumentos y accesorios. — Para obtener preparaciones microscópicas de las fibras, bastará disponer, además de los comunes porta y cubreobjetos, de cierto número de pinzas y de agujas, de una hoja cortante, de unas pequeñas tijeras, de una buena lente de aumento, o mejor de un microscopio de preparación. Para preparar las secciones de las fibras se necesita además una buena navaja, y se podrá utilizar, en vez del microtomo, un tapón de corcho o un soporte de madera, como se indica más adelante.

2. Reactivos y reacciones microquímicas. — Los principales reactivos que se necesitan son los siguientes:

1.° YODO Y ÁCIDO SULFÚRICO. — Este reactivo está constituído por:

a) Una solución de yodo, obtenida saturando con yodo una solución de yoduro potásico al 1 por 100.

b) Una solución de ácido sulfúrico obtenida agregando a 2 vol. de glicerina purísima y concentrada, un volumen de agua, y luego poco a poco, y enfriando enérgicamente, 3 vol. de ácido sulfúrico concentrado. En la preparación de este reactivo tiene grande importancia la concentración del ácido sulfúrico, por lo que es conveniente comprobar si el reactivo ha sido bien preparado. Esta comprobación también debe repetirse de vez en cuando, porque a causa del fuerte poder higroscópico del ácido sulfúrico, el reactivo tiende a diluirse, por lo cual es necesario regenerar su concentración primitiva con adición de nuevo ácido, o renovarlo completamente.

Para comprobar el reactivo, se hace una preparación microscópica, según las normas indicadas más adelante, con fibras de algodón o de lino tomadas de tejidos blancos, repetidamente lavados. Sobre estas fibras se deja actuar por 1-2 minutos la solución de yodo, la cual se elimina luego absorbiéndola cuidadosamente y completamente con delgadas tiras de papel de filtro (1). Agréganse luego 1-2 gotas del ácido preparado como se ha dicho, se pone el cubreobjetos y se observa al microscopio. Si la concentración del ácido es la conveniente, las fibras de lino y de algodón se coloran, netamente y sin deformarse, de azul. En cambio si la coloración es débil o tiende al rosado, el ácido está demasiado diluído, y si las fibras se hinchan está demasiado concentrado.

Mediante este reactivo es fácil distinguir las fibras compuestas de celulosa de las más o menos lignificadas, porque mientras las primeras se tiñen de azul, las últimas se tiñen de amarillo.

2.° CLOROYODURO DE ZINC.—Prepáranse las dos soluciones siguientes:

a) 40 gr de cloruro de zinc seco en 20 cm^3 de agua;

(1) Recomiéndase, cuando se verifican estas reacciones, poner mucho cuidado en que los líquidos reactivos no tiendan a salir del cubreobjetos, con peligro de dañar la lente frontal del objetivo.

b) 4,2 gr de yoduro potásico y 0,2 gr de yodo en 10 cm³ de agua.

Mézclanse ambas soluciones, se deja en reposo y se decanta el líquido límpido, conservándolo en la obscuridad, después de haberle agregado un cristalito de yodo.

Este reactivo, empleado sobre las fibras naturales y secas, tiñe la celulosa del algodón, del lino, del cáñamo, del ramio, etc. en violáceo; la celulosa proveniente de la madera en azul; y las fibras lignificadas en amarillo.

3.° FLOROGLUCINA Y ÁCIDO CLORHÍDRICO CONCENTRADO.—Disuélvese 1 gr de floroglucina en 80 cm³ de alcohol. Las fibras embebidas por algunos minutos en este reactivo, si se tratan luego con ácido clorhídrico concentrado, adquieren, si están lignificadas, una hermosa coloración rojo-violeta.

4.° OTROS REACTIVOS.—Son los que se usan en los análisis químicos comunes, y principalmente los siguientes: potasa cáustica al 1 por 100, carbonato sódico al 1 por 1000, ácido clorhídrico al 3 por 100, los ácidos nítrico, crómico, sulfúrico, el agua de cloro, el agua oxigenada, el líquido de Schweitzer (se prepara tratando una solución de sulfato de cobre con potasa cáustica, recogiendo el precipitado y disolviéndolo, después de haberlo lavado, y todavía húmedo, en la mínima cantidad posible de amoníaco concentrado), el rojo de rutenio (5-10 miligramos en 10 gr de agua; debe estar recién preparado y conservado en la obscuridad), el alcohol, etc.

3. Preparación de las fibras para el examen microscópico.

a) FIBRAS VEGETALES BRUTAS.—Si se deben examinar fibras vegetales brutas, que a menudo se presentan agrupadas en hacecillos, es necesario tratarlas primero, con objeto de aislar las fibras elementales, con una solución hirviente de sosa o potasa cáustica al 1 por 100. Hay que evitar el uso de reactivos ácidos, como el ácido nítrico y clorato potásico, y el ácido crómico, los cuales, además de destruir la lignina, atacan también rápidamente la celulosa.

Las fibras tratadas con la solución alcalina, se lavan con agua, se colocan en el portaobjetos, procurando tomarlas en pequeñísima cantidad, y se separan cuidadosamente mediante dos agujas y con auxilio de una lente o de un microscopio de preparación.

Para poner luego en la mayor evidencia la estructura característica de las fibras conviene proceder a su coloración mediante el reactivo yodo-ácido sulfúrico, el cual servirá al mismo tiempo para revelar, por la coloración azul-violeta o amarilla adquirida por las fibras, si éstas se hallan constituídas por celulosa pura o por celulosa más o menos lignificada.

b) FIBRAS ANIMALES INTENSAMENTE COLORADAS.—Algunos pelos animales pueden presentarse tan ricos en pigmento que hacen difícil e incierta la observación microscópica. El mejor modo de decolorarlos es el de inmergirlos, por lo menos media hora, en el agua oxigenada

concentrada (100 vol.). Puede emplearse también el ácido nítrico puro, pero teniendo cuidado de vigilar la marcha de la decoloración, y limitándola a lo preciso para poder verificar la observación. Inmérgense para ello los pelos en el ácido nítrico, contenido en una capsulita, y de vez en cuando se examina uno al microscopio para conocer el grado de decoloración. Generalmente son suficientes 10-15 minutos. Los pelos decolorados por uno de los dos reactivos, deben ser cuidadosamente lavados con agua y enjugados.

c) HILADOS.—Cuando los hilados se presentan no muy intensamente colorados y aprestados, pueden servir sin más preparación para el ensayo microscópico. A este fin se colocan sobre el portaobjetos tres o cuatro de los hilos en examen, y teniéndolos bien sujetos con un dedo, se pasa ligeramente por encima de ellos la hoja de un cortaplumas de modo que se desprenda de los hilos un pequeño y ligero copo de fibras. Si los hilos aparecen constituídos por fibras más bien lignificadas y por lo tanto rígidas, conviene, antes de rascarlos con la hoja, mojarlos con agua y glicerina. Obtenido el tenue copo, como de algodón, se coloca en medio de un portaobjetos, se agrega una gota de agua y glicerina, o del reactivo que se quiere adoptar, y luego, con las agujas, se separan las diversas fibras disponiéndolas bien destacadas y aisladas, se superpone el cubreobjetos, evitando siempre la inclusión de burbujas de aire, y la preparación queda dispuesta para la observación.

En cambio si los hilados están fuertemente aprestados o teñidos, antes del examen microscópico conviene privarlos en lo posible del apresto y del color, haciéndolos hervir con solución diluída del carbonato sódico (al 1 por 1000); luego con ácido clorhídrico al 3-5 por 100 del modo indicado más adelante para la determinación del apresto en los tejidos de algodón. Si con tal tratamiento los hilados no se decoloran suficientemente, se pueden tratar con agua de cloro (no muy concentrada) o bien con soluciones diluídas de ácido crómico o de ácido oxálico. Después de tales tratamientos hay que lavar bien con agua corriente.

Para las fibras de seda fuertemente cargadas se puede recurrir también a otros tratamientos (V. más adelante).

d) TEJIDOS.—Para el examen de los tejidos hay que descomponerlos primero en sus hilos elementales para examinarlos luego separadamente. Deberá atenderse a que no escapen al examen aquellos otros hilos que a veces entran en los tejidos para formar dibujos y adornos. En los terciopelos se examinará aparte el vello que lo compone. Cuando el tejido se presente fuertemente teñido y aprestado, se eliminarán, sea el color, sea las materias constitutivas del apresto, con los procedimientos indicados antes para los hilados.

4. Preparación de las secciones de las fibras.—La identificación de las fibras, así animales como vegetales, se basa principal-

mente en el examen de los caracteres físicos verificado en el sentido de la longitud, por presentarse en general las fibras bastante transparentes para poder observar fácilmente su forma y estructura, y especialmente el espesor de las paredes y la forma del canal o lumen interno. En algunos casos, sin embargo, a causa de la gran semejanza que existe entre algunas fibras, el reconocimiento puede resultar dudoso. Esto sucede por ejemplo entre las clases inferiores de lino y el cáñamo, o entre algunos tipos de sedas artificiales. Entonces presta notable auxilio, para el juicio definitivo, el estudio de las secciones transversales de las mismas fibras, para observar con la mayor evidencia el espesor de la pared, los estratos que la constituyan, la forma de la cavidad interna, y su contenido.

Para preparar estas secciones se procede del siguiente modo:

Reúnense las fibras en examen en un hacecillo de unos 3 mm de diámetro y 3-4 cm de longitud, atendiendo a que las fibras sean bien paralelas entre sí, y se impregnan de una cola preparada disolviendo 1 parte de buena gelatina en 1 ½ parte de agua y agregando al líquido aun caliente 1 parte de jarabe de glucosa (1). Cuando el hacecillo de fibras se ha impregnado perfectamente de cola, se exprime entre los dedos, estirándolo, a fin de encolar bien los hilos entre sí, expulsando al mismo tiempo el exceso de cola y el aire adherido a las fibras, y se deja secar al aire, suspendiéndolo de un hilo. Cuando el cilindrito de fibras es bastante duro para poder ser cortado sin doblarse, se fija en un microtomo, o más sencillamente entre las dos mitades precedentemente preparadas cortando un tapón de corcho en el sentido de la longitud, que se atan luego fuertemente con un bramante (2). Luego con una buena navaja se cortan secciones del hacecillo todo lo delgadas posible, cuidando de recoger especialmente los pequeños fragmentos que se destacan por su extrema delgadez. Las secciones así obtenidas, pasadas mediante un pincel al portaobjetos, y adicionadas entonces de una gota de agua que sirve para disolver la cola, quedan prontas para la observación. Sobre las secciones se pueden también efectuar las reacciones microquímicas ya indicadas para las fibras.

5. Mediciones microscópicas.—Las medidas que conviene a veces practicar sobre las preparaciones microscópicas, se expresan en milésimas de milímetro (μ) y se obtienen mediante el micrómetro ocular. Este micrómetro está constituído por un disco de vidrio que

---

(1) Esta cola se conserva en vasija de cuello largo con tapón de corcho, luego se introduce un trocito de alcanfor del tamaño de un guisante, con el fin de preservarla del moho. En frío la cola se vuelve sólida, pero basta calentarla un poco, antes de emplearla, para que recupere la fluidez primitiva.

(2) Se puede también emplear una suerte de pinza de madera que puede apretar el hacecillo en una cavidad cilíndrica conveniente, mediante la acción de un tornillo.

lleva grabada y fotografiada la longitud de un centímetro dividida en cien partes, y se aplica en el interior, y mediante un anillo especial, de un ocular expresamente construído, el cual puede abrirse destornillándose hacia la mitad de su longitud (1). Con el uso de este ocular se observa al mismo tiempo que la imagen de la preparación, la de la escala del micrómetro. Las casas constructoras de los microscopios indican a cuántas milésimas de milímetro corresponde una división del micrómetro en relación con el aumento de los diversos objetivos (2).

Para llevar a cabo una medición se observa la preparación usando el ocular provisto de micrómetro, y haciendo girar el ocular, se lleva la imagen de la escala sobre la del objeto que se quiere medir, se cuenta cuántas divisiones del micrómetro éste ocupa, y se multiplica el número por el valor en milésimas de milímetro correspondiente a cada división

Pero como el tamaño de las imágenes varía con la longitud del tubo del microscopio, es preciso emplear una longitud de tubo igual a la usada para establecer el valor del micrómetro ocular. En la práctica se ha adoptado una longitud de tubo de 16 cm, longitud que está indicada con una raya sobre el tubo del microscopio.

Las mediciones se deben hacer generalmente sobre las preparaciones en seco, para obviar el hecho de hincharse fácilmente las fibras cuando las baña un líquido. Por comodidad se unta en este caso el portaobjetos con una débil y caliente solución de gelatina, sobre la cual se disponen sin otra preparación las fibras.

6. Descripción de las fibras de origen vegetal.—Las más importantes fibras textiles vegetales, y de las cuales se tratará luego, son el algodón, el lino, el cáñamo, el ramio, el yute, el agave o pita o sisal, el lino de N. Zelanda, el esparto, el cáñamo de Manila, el coco, el kapok y las sedas vegetales.

---

(1) Generalmente se emplea un ocular más bien débil, p. ej. el n. 2.

(2) Es fácil calcular directamente o verificar estos valores si se dispone de un micrómetro objetivo, el cual está constituído por una lámina de vidrio de las dimensiones de un portaobjetos común, que lleva en el centro, grabada o fotografiada, la longitud exacta de un milímetro dividida en 100 partes iguales, por lo que cada división corresponde a 10 milésimas de milímetro. Observando esta escala, como si fuese una preparación común, y empleando el ocular provisto del micrómetro, se establece a qué número entero de divisiones del micrómetro ocular corresponde un número entero de divisiones del micrómetro objetivo, y se calcula cuántas de estas divisiones corresponden a una del micrómetro ocular. Este número, multiplicado por 10, por equivaler cada división del micrómetro objetivo a 10 milésimas de milímetro, será el valor en milésimas de milímetro de una división del micrómetro ocular en relación con el objetivo usado para la observación. Ejemplo: 80 divisiones del micrómetro ocular corresponden exactamente a 24 del micrómetro objetivo, es decir, a 240 milésimas de milímetro; cada división del micrómetro ocular corresponde por lo tanto a $\frac{240}{80} = 3$ milésimas de milímetro.

En la Tab. LIV están indicados los principales caracteres microscópicos de estas fibras que se utilizan para su reconocimiento, y el comportamiento con el reactivo yodo-ácido sulfúrico.

TABLA LIV

Caracteres microscópicos de las fibras vegetales

FIBRA	Aspecto al microscopio		Dimensiones		Coloración con el reactivo yodo-ác. sulfúrico
	de la fibra	del canal interno	Longitud mm	Diámetro μ	
Algodón (Gossypium)	cinta retorcida	ancho apr. 3/5	10-60	12-42 (25)	azul
Lino (Linum usitatissimum)	cilíndrico, estrías transversales	delgado	20-50	16-25 (20)	azul
Cáñamo (Cannabis sativa)	cilíndrico aplastado, estrías long. y transvers.	ancho apr. 1/2	10-55	10-45 (33)	verdosa-azul
Ramio (Boehmeria nivea)	cinta ancha, estrías oblicuas evid.	ancho apr. 3/5	60-260	48-80 (55)	azul
Yute (Corchorus)	cilíndrico; sin estrías	irregular	1-5	10-32 (22)	amarilla, amarilla parda
Lino de N. Zelanda (Phormium tenax)	cilíndrico delgado, sin estrías	delgado apr. 1/5	3-10	8-19 (12)	amarilla verdosa
Cáñamo de Manila (Musa Texilis)	cilíndrico, sin estrías	notable apr. 2/5	2-3	12-40 (24)	amarilla
Agave-Pita-Sisal (Agave)	cilíndrico, sin estrías	ancho apr. 1/2	1-5	20-32 (26)	amarilla, amarilla parda
Esparto (Lygeum spartum)	cilíndrico, delgado, sin estrías	delgado	0,5-5	9-20 (13)	amarilla verdosa
Coco (Cocos nucifera)	cilíndrico con poros y hendeduras	notable apr. 1/3	0,5-1	12-24 (20)	amarilla parda
Kapok (Bombáceas)	cilíndrico, vacío sin estrías	muy ancho apr. 9/10	10-30	20-40 (24)	amarilla
Sedas vegetales (Asclepiadeas Apocyneas)	cilíndrico, vacío sin estrías	muy ancho apr. 9/10	10-60	12-90	amarilla, rara vez verde

1. ALGODÓN.—Proviene el algodón de la pelusa que envuelve las semillas de varias especies de *Gossypium*. Esta fibra, que es unicelular y cerrada solamente por un extremo, está siempre aislada, y se presenta al microscopio (fig. 68 de la Lám. VI) con la apariencia de cintas retorcidas a intervalos sobre su propio eje. La pared es relativamente delgada, a veces algo realzada a manera de orla; el lumen es ancho: tres o cuatro veces más que las paredes. Este lumen está generalmente vacío, a veces contiene granulaciones que representan el primitivo protoplasma desecado. La fibra del algodón, que está constituída enteramente de celulosa, se halla revestida en estado bruto por una delgadísima cutícula, que se puede observar con evidencia en una preparación microscópica en seco. Tratando el algodón bruto con una solución amoniacal de óxido de cobre, mientras la celulosa de la fibra al principio se hincha y luego se disuelve, queda casi intacta la cutícula, por lo cual las fibras presentan, observadas al microscopio, formas bastante características. Las secciones de las fibras de algodón (fig. 69 de la Lám. VI) son elípticas arqueadas o de forma arriñonada, con un lumen interno a manera de hendedura.

Pero a veces se observan fibras de algodón que presentan características algo diferentes de las descritas, pues aparecen como delgadas cintas planas, de particular transparencia, a veces con bruscas y aplastadas dobleces (fig. 70, Lám. VI). Trátase del llamado algodón muerto, proveniente de malos cultivos o de maduraciones incompletas.

El examen microscópico del algodón puede servir, no sólo para su reconocimiento, sino también para establecer su calidad, teniendo en cuenta que el más estimado es el que presenta fibras más redondas y con numerosos retorcimientos. Tienen en cambio un valor mínimo las fibras del algodón muerto ya descritas, y las que aparecen irregulares, es decir provistas de hinchamientos, o que están soldadas entre ellas, o de aspecto tortuoso o rugoso, o de otra suerte extraño, o con un diámetro tres o cuatro veces mayor que el medio. Además el examen microscópico de las fibras del algodón puede servir para reconocer si es bruto o ha sido blanqueado, atendiendo a su comportamiento con respecto a una solución de rojo de rutenio (V. reactivos, pág. 609). El ensayo se verifica del siguiente modo: dispónense las fibras en el portaobjetos, se mojan con algunas gotas del reactivo, se coloca el cubreobjetos, y después de haberlas dejado en contacto por algunos minutos se absorbe cuidadosamente el líquido con una tirilla de papel de filtro y luego se observa al microscopio. Las fibras de algodón bruto se tiñen de rosa, mientras las blanqueadas quedan incoloras. Este diverso comportamiento es debido a la presencia de la cutícula sobre el algodón bruto, la cual desaparece por la operación del blanqueo.

2. ALGODÓN MERCERIZADO.—Las fibras del algodón mercerizado bajo tensión se presentan al microscopio (fig. 71 de la Lám. VI) a modo de cilindros bastante regulares, de superficie brillante, a veces estriadas longitudinalmente, con un canal interno de diámetro

a veces delgado, a veces hinchado, y a menudo faltando del todo. Faltan además los característicos retorcimientos propios del algodón. Pero a trechos pueden observarse todavía irregularidades en el diámetro de la fibra, es decir estrechamientos que representan los puntos de torsion de la fibra originaria. Las secciones se presentan de forma redondeada, con un vacío central más o menos aparente.

Hay que advertir además que según el procedimiento seguido y especialmente según lo avanzado de la mercerización, se podrán observar caracteres algo diversos, es decir, pasos intermedios entre las formas típicas descritas para el algodón mercerizado y las del algodón común.

El algodón mercerizado sin tensión es menos característico que el descrito, recordando más la forma primitiva de la fibra de algodón. La superficie es rugosa, con estrías longitudinales bastante frecuentes. Las secciones de las fibras aparecen ovales o redondas, con lumen central irregularmente circular, a veces con pequeñas ramificaciones radiales.

3. Lino.—El lino se obtiene de las fibras del líber de numerosas variedades de Linum, entre las cuales la más común es el *L. usitatissimum*. Al examen microscópico las fibras de lino aparecen (fig. 72 de la Lám. VI) como cilindritos uniformes, regulares, provistos de un delgadísimo canal central. Están siempre aisladas entre sí, o son muy fácilmente aislables. Característica que facilita su reconocimiento son las estrías o impresiones transversales, que ocupan toda la anchura de la fibra. A veces estas estrías están reunidas dos a dos o levemente inclinadas entre sí, de modo que vienen a formar una X. Además es fácil observar, en correspondencia con estas estrías transversales, leves y cortísimos hinchamientos; así por estos abultamientos como por la correspondiente estría, el aspecto de las fibras de lino recuerda el de una caña de bambú.

Estos hinchamientos y estrías parecen debidos, ya a la inserción de las otras células adheridas a la fibra, ya a las manipulaciones mecánicas a que las fibras se someten. En el sentido de la longitud puede a veces observarse también un delgadísimo estriado que sin embargo no dificulta la observación de la línea media, bastante más marcada, que indica el canal de la fibra. En su conjunto las fibras aparecen lisas y semitransparentes. Sus extremos terminan en punta.

Las secciones (fig. 73 de la Lám. VI) se presentan aisladas o en grupos poco numerosos, poligonales, de 5 ó 6 lados, con ángulos generalmente bien definidos y con un lumen central, circular, pequeño, o en forma de una corta línea. Tratando así la fibra entera como sus secciones con el reactivo yodo-ácido sulfúrico, la pared celular se tiñe de azul, mientras el lumen demuestra contener una substancia protoplásmica granular que se tiñe de amarillo.

4. Cáñamo.—Se obtiene de las fibras liberianas del *Cannabis*

sativa. Al microscopio estas fibras, que se presentan de ordinario reunidas en hacecillos, tienen un aspecto cilíndrico aplastado, con un diámetro mayor que el de las fibras de lino (fig. 74 de la Lám. VII). Su espesor no es muy regular, y muestran en el sentido de la longitud numerosas estrías, a veces tan marcadas que dificultan la observación del canal interno, el cual es algo ancho, aproximadamente $^1/_3$ del espesor de la fibra. Además de estas estrías longitudinales se notan estrías transversales que a menudo no atraviesan todo el espesor de la fibra y no muestran un aspecto tan regular como en el lino. Los extremos de las fibras son generalmente redondeados en forma de espátula, de lanza, y a veces también brevemente subdivididos.

Las fibras de cáñamo, tratadas con el reactivo yodo-ácido sulfúrico, se coloran en azul en el espesor de las paredes, pero en la superficie revelan poseer una delgada cutícula lignificada que se tiñe de amarillo, de donde resulta que la fibra toma en conjunto un color verdoso. La presencia de esta cutícula que se tiñe de amarillo se observa perfectamente tratando con el mismo reactivo la sección de las fibras. Este carácter, que serviría para diferenciar el cáñamo del lino, se va atenuando hasta desaparecer en las fibras que han sufrido un desgaste o especiales tratamientos de blanqueo y lavado.

Las secciones del cáñamo (fig. 75 en la Lám. VII) se presentan casi siempre reunidas en grupos, de contorno redondeado; el lumen aparece alargado a modo de hendedura o de cavidad, a veces también subdividida o radiada, diferenciándose así notablemente del lumen punctiforme presentado por el lino.

Aunque los caracteres típicos de la fibra del lino sean bastante distintos de los descritos para el cáñamo, sucede a veces que se deben examinar productos de estas dos fibras, respecto a los cuales ofrece dificultades establecer si se trata de lino o de cáñamo, ya que mientras las fibras del lino que provienen de la parte media del tallo se presentan como se ha dicho regulares, delgadas, con el aspecto de un fino cilindro, aisladas, con un lumen casi capilar y el extremo afilado, y por lo tanto fácilmente diferenciables de las fibras *ordinarias de cáñamo*, algunas fibras provenientes de las porciones más bajas del tallo pierden tales caracteres para adquirir otros que las aproximan, en el aspecto, a las del cáñamo, pues presentan dimensiones diametrales mayores y un canal interno algo ancho. Pero esas fibras están en número relativamente escaso, porque a causa de su menor longitud y resistencia pasan a constituir los residuos (estopa) de la elaboración del lino.

5. Ramio.—Se comprenden con este nombre las fibras liberianas obtenidas de algunas *Urticáceas* cultivadas sobre todo en el extremo Oriente; estas fibras, por su aspecto blanquísimo, por el brillo y resistencia representan la mejor fibra textil proporcionada a la industria por el reino vegetal.

Al microscopio (fig. 76 de la Lám. VII) aparecen generalmente

aisladas, de notables dimensiones, en forma de cinta de espesor muy uniforme. La pared es copiosa y finamente estriada, con hendeduras bastante marcadas, muy profundas, que aparecen como líneas obscuras, algo oblicuas con respecto al eje de la fibra. De las paredes, a veces se destacan finas fibrillas a modo de delgadísimas cintas. El lumen muy amplio es netamente visible; los extremos son redondeados, romos, de paredes muy gruesas. Esta fibra está constituída por celulosa, por lo que tratada con yodo-ácido sulfúrico se tiñe de azul.

Las secciones son de dimensiones notables, generalmente aisladas o reunidas en grupos de dos o tres; su forma es alargada de contorno redondeado. El lumen, amplio, sigue sensiblemente la forma del contorno exterior, y con frecuencia contiene una substancia que se tiñe de amarillo con yodo-ácido sulfúrico, mientras la pared se tiñe, como ya se ha dicho, de azul, sin mostrar cutícula alguna lignificada, pero poniendo en evidencia las diversas capas de crecimiento de la misma pared. Del lumen parten además hendeduras bien netas, que corresponden a las hendeduras oblicuas que se observan en la longitud de la fibra, y que por lo tanto afectan a todo el espesor de la pared.

6. YUTE.—Obtiénese de la madera de diversas especies de *Corchorus*. Las fibras se presentan al microscopio (fig. 77 de la Lám. VII) de un modo característico, porque son lisas, cilíndricas, generalmente reunidas muy fijamente en haces, sin estriado alguno. La pared de las fibras se presenta con un espesor muy irregular, por lo que el lumen interno se presenta a veces muy ancho y a veces se estrecha hasta formar sólo una línea, o hasta puede faltar del todo en algún trecho. Los extremos son generalmente redondeados o terminan de un modo irregular. La fibra está fuertemente lignificada (aproximadamente 40 por 100 de lignina), por lo cual tratada con el reactivo yodo-ácido sulfúrico se tiñe de amarillo, y con floroglucina y ácido clorhídrico concentrado de rojo.

Las secciones del yute (fig. 78 de la Lám. VII) se presentan siempre reunidas en grupos compactos, tienen forma poligonal bien marcada y un lumen central circular vacío.

7. AGAVE-PITA-SISAL.—Obtiénense de diversas especies de *Agave*. También estas fibras se presentan (fig. 79 de la Lám. VII) lisas y regulares, con paredes delgadas y con un lumen amplio.

Casi siempre van acompañadas de vasos espirales y de largas y estrechas células de parénquima. Las extremidades son anchas y embotadas. Las secciones, que están siempre reunidas en grupos, se presentan poligonales, adaptándose perfectamente entre sí. A causa de la fuerte lignificación, estas fibras se tiñen de amarillo con los reactivos yódicos. En las cenizas se encuentran cristales de carbonato de calcio a veces bien conservados.

8. Lino de N. Zelanda. — Obtiénese especialmente de las hojas del *Phormium tenax*. Las fibras están reunidas en haces, fácilmente disgregables, y son muy delgadas, uniformes, lisas, con un aspecto especial de rigidez, y presentan un lumen muy evidente que ocupa casi un tercio de la fibra (fig. 80 de la Lám. VIII). Los extremos aparecen aguzados. Las secciones de la fibra no blanqueada se ven reunidas en haces, de contorno poligonal con ángulos redondeados; están débilmente unidas entre sí, y el lumen se muestra redondeado y sin contenido alguno. Las fibras brutas tratadas con yodo ácido sulfúrico se tiñen de amarillo, las blanqueadas toman en cambio un color verdoso y azul, y tienen una notable y especial flexibilidad.

9. Esparto-Alfa.—El esparto se obtiene del *Lygæum spartum*. Las fibras, fuertemente soldadas en haces, se presentan (fig. 81 de la Lám. VIII) muy delgadas y lisas, con un delgado canal interno. Los extremos están por lo regular redondeados. Las secciones reunidas en grupos son redondeadas u ovales y tienen en el interior una pequeñísima cavidad, como un punto, que representa el lumen. Las fibras tratadas con yodo-ácido sulfúrico se tiñen algunas en amarillo, pero otras, de más reciente formación, adquieren un tinte azul o violeta pálido.

Muy semejantes a las fibras del esparto son las del *Alfa* (*Stipa tenacissima*). Si se quiere diferenciar estas dos fibras, se puede atender a la forma de los pelos de las hojas de que provienen y que fácilmente acompañan las fibras. Estos pelos muy cortos son en el esparto de contorno redondo, con paredes delgadas y lumen amplio, mientras las del alfa terminan en punta aguda, tienen un espesor notable de la pared y un lumen estrecho.

10. Cáñamo de Manila.—Está constituido por haces de fibras contenidos en las hojas de diversas Musa, y especialmente de la *M. texilis*. Las fibras, enteramente lignificadas, aparecen (fig. 82 de la Lám. VIII) lisas y regulares, con un lumen amplio y netamente visible. Los extremos están generalmente aguzados. Las secciones, que están reunidas en grupos, tienen un contorno poligonal de ángulos muy redondeados y presentan un lumen muy evidente. Para distinguir el cáñamo de Manila de otras fibras semejantes, puede ser utilizada la característica presencia de pequeñas células reunidas en serie y adheridas a los haces de fibras, los cuales por ser muy ricos en sílice conservan aun después de la incineración del haz de fibras la forma primitiva de la célula.

Estos restos silíceos que aparecen con una visible cavidad en medio que les hace semejar a una fila de perlas, se pueden poner en clara evidencia y observarlos al microscopio tratando sobre el portaobjetos las cenizas de las fibras con una gota de ácido clorhídrico diluído, o bien macerando las fibras en ácido crómico. Estando estas fibras, como se ha dicho, enteramente lig-

nificadas, se tiñen de amarillo con el conocido reactivo yodo-ácido sulfúrico.

11. Coco.—Obtiénese de la corteza del fruto del *Cocos nucifera*. Estas fibras de color rojizo, y que se presentan fuertemente unidas en haces, son cortas, rígidas, de paredes que hacen irregulares los frecuentes poros, canales, hendeduras, por lo que el espesor no es uniforme; el canal es ancho, con diámetro superior al de las paredes. Los extremos son siempre redondeados. Las secciones, naturalmente reunidas en grupos, tienen forma poligonal redondeada y muestran claramente la ancha cavidad interna. Con yodo-ácido sulfúrico se tiñen de amarillo obscuro. También estas fibras van acompañadas de otras células ricas en sílice, que se pueden observar en las cenizas mediante un fuerte aumento, en forma de pequeñísimas perlas.

12. Kapok (Lana vegetal).—Bajo este nombre se comprenden las pelusas que envuelven las semillas de algunas *Bombáceas*. Estas fibras, que tienen notable semejanza entre sí, aparecen (la fig. 83 de la Lám. VIII representa las fibras del Eriodendron anfractuosum) aisladas, con forma cilíndrica ligeramente cónica, de paredes delgadísimas, lignificadas. El lumen es ancho, hasta ocupar la mayor parte del diámetro de la célula, y lleno de aire. Las secciones son sensiblemente circulares.

13. Sedas vegetales.—Obtiénense de diversas *Apocineas* y *Asclepiadeas* y son notables por el especial brillo que presentan. También estas fibras, cuyo color es a veces amarillento o rojizo, son unicelulares y aparecen como cilindros vacíos, de paredes delgadísimas. A veces presentan en la base un característico aspecto reticulado. Las paredes están lignificadas.

7. Descripción de las fibras de origen animal.—Las fibras textiles de origen animal son principalmente las lanas de oveja, de cabra, de camello, y de algunos camélidos, la seda común y las sedas silvestres, que se describen más adelante.

En la Tabla LV están expuestos los principales caracteres microscópicos que se utilizan para su reconocimiento.

1. Lana.—Las lanas, como en general los pelos de los diversos animales, aparecen al microscopio (fig. 84 de la Lám. VIII) constituídas, en su normal y completa estructura, por tres capas: un *canal medular* central rodeado de un estrato de *células fibrilares* delgadísimas, cubierto a su vez por células anchas, escamosas, que forman la *cutícula* o *epidermis*.

Pero las lanas que se utilizan en la industria textil están generalmente privadas del canal medular y por esto su examen microscópico se refiere especialmente al estrato exterior de células que, como se ha dicho, se presentan como escamas, fuertemente insertadas unas en otras, de suerte que se cubren en una elevada proporción de

TABLA LV

Caracteres microscópicos de las fibras animales

FIBRA	Aspecto al microscopio		Diámetro μ
	de la fibra	del canal	
Lana de oveja común (pelos finos)	cilíndrico, con escamas	ausente	25
Lana de oveja merino	cilíndrico, con escamas	ausente	23-27
Pelo de cabra de Angora	cilíndrico con escamas y fino estriado longitudinal	ausente	p. finos 21-23 p. medios 45
Pelo de camello (pelos finos)	cilíndrico, escamas poco evidentes, estriado longitudinal con gránulos y masas lineales de pigmento	a menudo presente, granular en forma de islas	20-30
Pelo de camélidos (Vicuña)	cilíndrico, escamas poco evidentes, estriado longitudinal con finas granulaciones de pigmento	delgado, a menudo interrumpido	18-20
Conejo	cilíndrico, escamas poco evidentes, sin estrías longitudinales	ancho, con espacios vacíos, a veces múltiple	14-16
Cabellos (de mujer)	cilíndrico, escamas poco visibles, estriado longitudinal, granulaciones finísimas de pigmento, sin masas	generalmente ausente	60-80
Seda común. . .	cilíndrico, transparente	ausente	13-14
Seda silvestre	cintas con fino, evidente, estriado longitudinal y haces transversales	ausente	Militta 32 Jamamay 40

su superficie. Este carácter es de notable influencia sobre el valor de las lanas, porque cuanto más se cubren las escamas, tanto más protegidos quedan los estratos internos, por lo que la fibra resulta más resistente. Esto se verifica en especial en las fibras más delgadas. Las escamas así superpuestas, a modo de las escamas de los peces, presenta un borde libre siempre vuelto hacia la punta de la fibra. A causa de este borde libre las escamas de las diversas fibras

pueden, al ponerse en íntimo contacto, intricarse entre sí, dando a la lana la característica propiedad de fieltrarse. En algunas lanas, especialmente de cabra y de camello, las escamas son tan delgadas y transparentes que dejan entrever perfectamente el estrato fibroso subyacente, lo que tiene una grande importancia para el reconocimiento de la lana.

Por fin hay que observar que por obtenerse las lanas, en grandísima proporción, mediante el tundido, el cual se repite varias veces sobre el mismo animal, es difícil hallar en las fibras su punta natural; en cambio se observa una sección neta debida al corte producido en el tundido.

En el examen de la lana es a veces importante observar la uniformidad de las ondulaciones que las fibras presentan, y contar su número. Este número, que normalmente aumenta con la finura de la lana, se refiere a 1 cm. Clasificación de las lanas a base del número de las ondulaciones es por ejemplo la siguiente: Superselecta más de 11; Selecta de 9 a 10; Primera de 7 a 9; Segunda de 6 a 7; Tercera de 5 a 6; Cuarta de 4 a 5.

Sentadas estas consideraciones generales, he aquí más particularmente la descripción de las diversas lanas más comunes en el comercio.

a) *Lana de oveja.*—Esta fibra se presenta al microscopio (fig. 85 de la Lám. VIII) en forma de delgados cilindros en cuya superficie se perciben finas e irregulares estrías más o menos oblicuas, las cuales representan los bordes de las escamas epidérmicas. En general dos de estas células o escamas son suficientes para abarquillar completamente la fibra, cuyo contorno aparece ligeramente aserrado. El estrato fibroso es poco evidente y falta el canal medular, que sólo se encuentra en los pelos más gruesos.

Entre las lanas de oveja, la más importante es la Merino, notable por su pequeño espesor y por la gran evidencia con que aparecen las escamas epidérmicas, fuertemente imbricadas, de forma cilíndrica o semicilíndrica. Como estas escamas tienen un borde libre muy marcado, la fibra aparece con contorno aserrado, y el estrato subyacente fibroso aparece a veces en forma de un delicado estriado longitudinal. La médula siempre falta.

b) *Lana regenerada o mecánica.*—En la fabricación de los tejidos de lana no se emplea hoy día solamente la lana natural, proveniente directamente del tundido de las ovejas, sino también la regenerada, que se obtiene de los hilados, tejidos, mallas, etc., ya usados. Además, un tejido determinado de lana puede, no sólo resultar formado por lana regenerada una vez, sino dos o más veces. Compréndese fácilmente que en el desgaste de una tela determinado por el roce del uso y del lavado, los cuales van causando un consumo gradual, que puede llegar hasta la perforación en algunos

puntos, las fibras que la constituyen deben resentirlo profundamente hasta quedar modificada primero la parte superficial de la fibra y después los estratos subyacentes. Claro está que este deterioro, además de influir sobre la resistencia y la elasticidad de la fibra, llega a modificar hasta su estructura.

Examinando tejidos de lana, especialmente los cardados, ocurre a menudo que se observa al lado de las fibras que presentan los caractëres descritos y propios de la lana natural, es decir, un contorno finamente dentellado por la presencia de las escamitas superficiales y los extremos con sección bien neta, se observan además otras fibras, y en proporción no despreciable, que carecen de aquellos caracteres, lo que denota evidentemente haber ellas sufrido una alteración bastante notable y profunda (fig. 86 de la Lám. IX). Estas fibras están privadas de las escamas, ya totalmente, ya a trechos más o menos largos, o bien, si tienen escamas, éstas aparecen desgastadas y consumidas de modo que sólo con una observación cuidadosa y bajo diferentes incidencias de luz resultan apenas visibles, a modo de finísimas líneas. Obsérvase además en estas fibras, que son a veces muy cortas (apenas 1 ó 2 mm) y poseen un diámetro irregular, que sus extremos no se presentan con las secciones netas producidas en la lana natural por el corte sufrido en la operación del tundido, sino que aparecen desfibradas a modo de pincel. Estas formas de pincel de los extremos de las fibras se explica fácilmente por el desgaste y por la pérdida de las escamas que representan el primer estrato superficial de las fibras, por lo que, en cuanto faltan el revestimiento y la protección del subyacente estrato fibroso, éste queda directamente sometido a las diversas acciones mecánicas de roce, desuniéndose y disponiéndose del modo indicado (1).

Otros útiles indicios que se pueden tener para el reconocimiento de la lana regenerada son la presencia de fibras de algodón en pequeñas proporciones, y la presencia de fibras de lana diversamente teñidas y sin relación con el color general del tejido.

c) *Pelo de cabra de Angora.*—Esta lana, llamada en el comercio *Mohair*, está caracterizada por mostrar a través de las escamas epidérmicas el subyacente estrato fibroso siempre desprovisto de granulaciones, por lo que la fibra se presenta finamente estriada en el sentido de su longitud. Además se notan, en medio de estas finas estrías, hendeduras algo más anchas, distribuídas bastante regularmente. Las escamas epidérmicas no son en todas las fibras igualmente evidentes. Las fibras de mayor diámetro poseen una médula muy desarrollada (fig. 87 de la Lám. IX).

d) *Pelo de camello.* — Está constituída esta lana por los pelos

---

(1) V. a este propósito el estudio detallado de G. Bosco y A. Cappelli: La lana rigenerata (*Ann. del Lab. chim. centrale Gabelle*, vol. VII, pág. 127).

del Camelus castrianus. Los más delgados, lanosos, de color aleonado, se presentan al microscopio (fig. 88 de la Lám. IX) muy delgados (por término medio su diámetro es de 20 μ), a veces están provistos de una médula granular interrumpida formando islas, y del diámetro de $^1/_3$ aproximadamente del de la fibra. Las escamas epidérmicas tienen forma cilíndrica algo oblicua; a causa de su sutileza y transparencia no son fácilmente visibles, especialmente en las fibras más obscuras. El pelo no aparece por lo tanto con los bordes dentellados, sino como un cilindro aparentemente liso. En cambio es evidente el estrato fibroso sobre el cual se halla esparcido el pigmento en forma de masas de forma lineal.

Los pelos más gruesos, generalmente de un color más obscuro, están cubiertos de escamas finas, apretadas, aplanadas, pero tampoco muy evidentes. La capa fibrosa siempre es perceptible y lleva las masas lineales de pigmento. La médula, notablemente desarrollada, se presenta como un cilindro interior de curso algo irregular, lleno de un contenido granuloso.

Con caracteres muy semejantes a los descritos se presenta también el pelo del dromedario. La más notable diferencia viene dada porque los pelos lanosos de este último animal presentan un canal medular más continuo y regular y más ancho que la mitad del espesor de la fibra.

e) *Lanas de camélidos.*—Obtiénense estas lanas de diversos animales que viven en estado semisalvaje o doméstico especialmente en la América del Sud. Entre ellos los principales son la *llama*, el *guanaco*, la *vicuña* y la *alpaca*. Algunas de estas lanas son muy apreciadas por su morbidez, finura, brillo.

Observados al microscopio, esos pelos aparecen muy semejantes entre sí; las escamas epidérmicas son poco visibles, y en cambio aparece evidente el estrato fibroso, en forma de fino estriado, sobre el cual está depositado un pigmento finamente granuloso. A veces, hasta en los pelos más delgados se percibe una médula, a menudo interrumpida, siempre muy delgada. La más fina de estas lanas es la de vicuña (fig. 89 de la Lám. IX), que tiene un diámetro medio de unos 20 μ.

2. Pelo de conejo.—Los pelos más delgados del conejo (*Lepus cuniculus*) se presentan (fig. 90 de la Lám. IX) con una forma característica, a causa especialmente del estrato medular, que presenta el aspecto de una serie de pequeños rectángulos pigmentados, separados entre sí por espacios huecos que tienen aproximadamente las mismas dimensiones. En los pelos de dimensiones mayores, el estrato medular puede estar compuesto de dos o más series de células dispuestas del modo descrito. También las escamas, aunque sutiles, son muy evidentes. La capa media fibrosa es en cambio muy poco visible.

3. CABELLOS.—La figura 91 de la Lám IX representa unos cabellos de mujer; en ellos las escamas son tan sutiles y transparentes que resultan muy poco visibles. Lo que aparece con mayor evidencia es el estrato fibroso, sobre el cual están repartidas de un modo homogéneo las finísimas granulaciones del pigmento, pero sin formar las masas más o menos lineales que se notan comúnmente en los otros pelos animales. La médula falta casi siempre; cuando existe se presenta finamente granulosa, con un curso algo irregular; el diámetro es pequeño, llegando raramente a $^1/_4$ del espesor del cabello.

En el comercio europeo se hallan ahora con facilidad trenzas de cabellos chinos; en éstos el canal medular aparece con mucha mayor frecuencia que en los cabellos de mujer antes citados.

4. SEDAS NATURALES.—Un gran número de insectos lepidópteros segregan mediante glándulas especiales babas que se solidifican al aire, en forma de filamentos destinados a construir los capullos dentro de los cuales los mismos insectos pasan una fase de su existencia. La seda común proviene del *Bombyx mori*, las sedas silvestres o exóticas provienen de otros insectos (*Antheraea Mylitta*, *A. Jamamay*), que viven en estado libre especialmente en la India, en la China y en el Japón.

a) *Seda bruta común.*—El filamento tal como lo produce el gusano se presenta, al microscopio, constituído por dos distintas fibras (fibroína) envueltas y cubiertas por una envoltura única e irregular; esta envoltura o membrana (sericina), a causa de su naturaleza poco elástica, aparece en numerosos puntos rota o arrugada (fig. 92 de la Lám. X). Esta estructura del filamento de seda bruta se presenta también evidente observando las secciones del mismo filamento, donde se ven las secciones de las distintas fibras reunidas y rodeadas dos a dos por la membrana de sericina (fig. 93 de la Lámina X).

b) *Seda común.*— La seda que constituye los hilados y tejidos comunes ha sido privada más o menos completamente de la envoltura de sericina que como se ha dicho une dos a dos los diversos filamentos en la seda bruta. Estos filamentos han quedado desligados entre sí y aparecen al microscopio como delgados cilindros, regulares, lisos, llenos, brillantes, sin canal o estriado; sólo de trecho en trecho pueden presentar algún ligero estrangulamiento o hinchamiento (fig. 94 de la Lám. X). Las secciones se presentan aisladas, con una forma algo triangular, de ángulos muy redondeados (fig. 95 de la Lám. X).

Las fibras de seda común, aunque aparezcan en las observaciones comunes perfectamente lisas y homogéneas, muestran, cuando se las examina con fuerte aumento y con auxilio de especiales reactivos disgregantes, un finísimo estriado longitudinal debido a la estructura fibrosa propia de todas las sedas. Esta estructura fibrosa

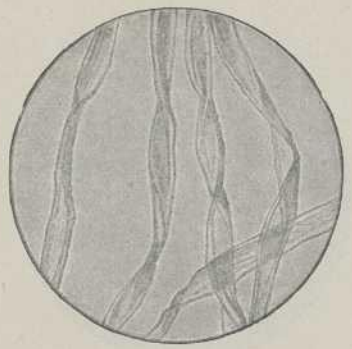


Fig. 68.—Algodón.

Fig. 69.—Secciones del algodón.

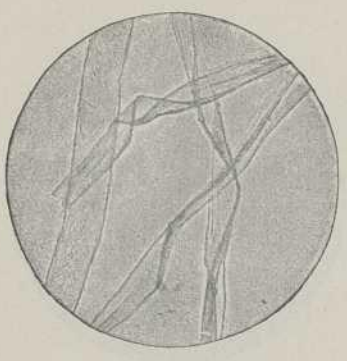


Fig. 70.—Algodón muerto.

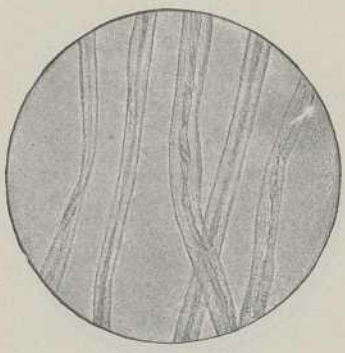


Fig. 71.—Algodón mercerizado.

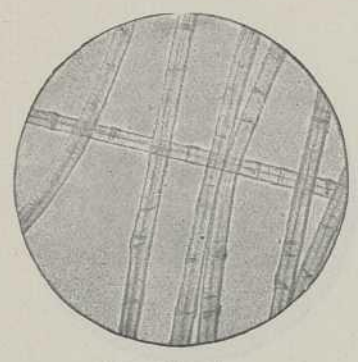


Fig. 72.—Lino.

Fig. 73.—Secciones del lino.

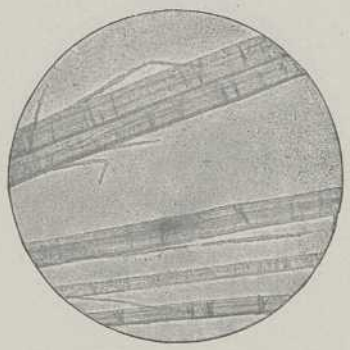


Fig. 74.—Cáñamo.

Fig. 75.—Secciones del cáñamo.

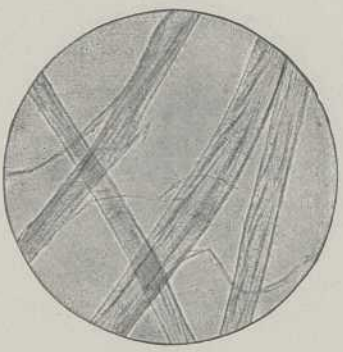


Fig. 76.—Ramio.

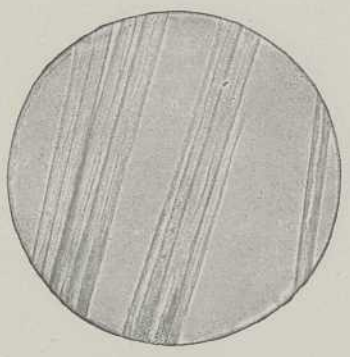


Fig. 77.—Yute.

Fig. 78.—Secciones del yute.

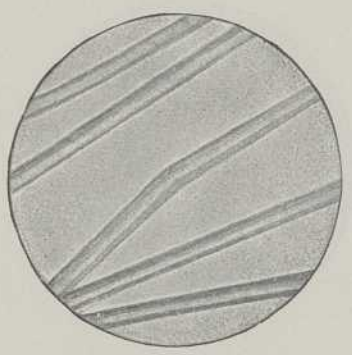


Fig. 79.—Agave o pita.

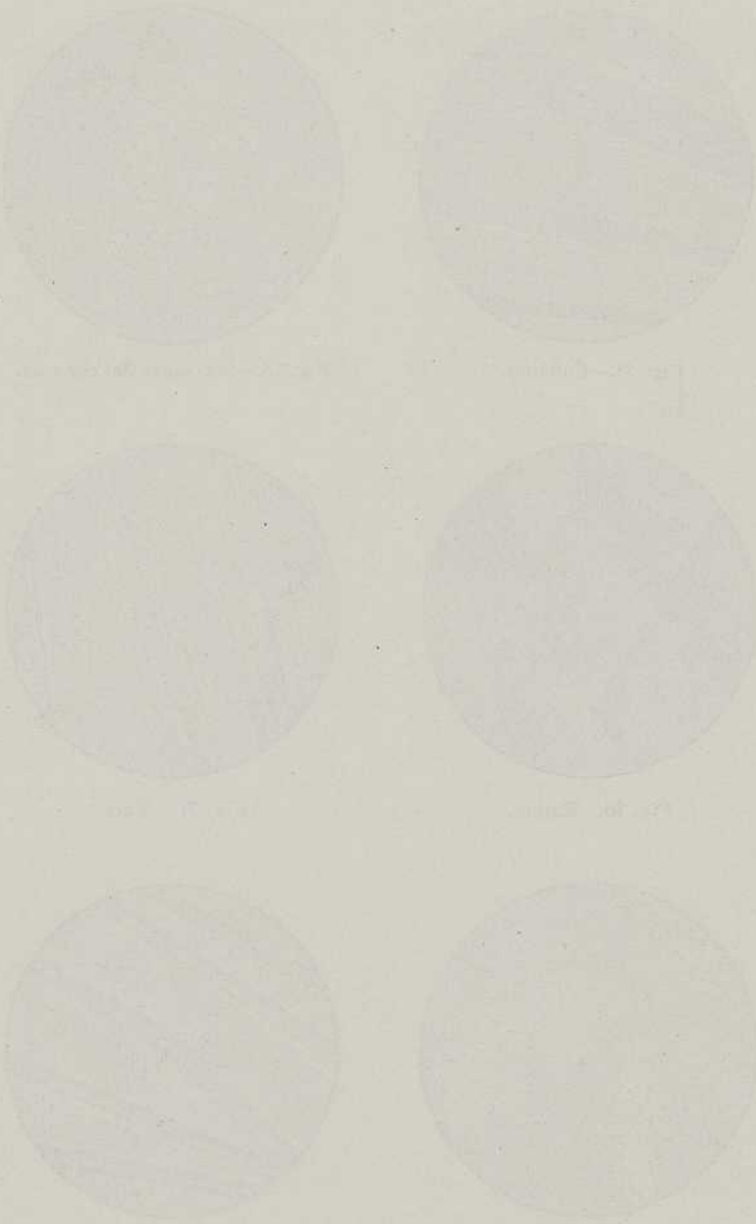


Fig. 80.—Lino Nueva Zelanda.

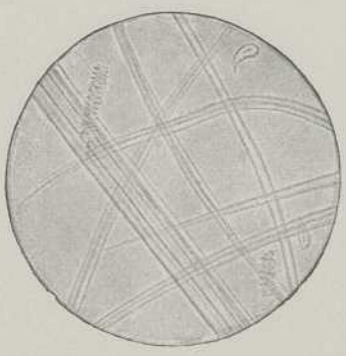


Fig. 81.—Esparto.

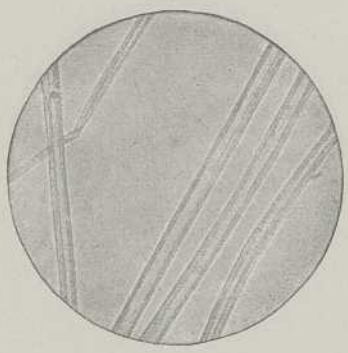


Fig. 82.—Cáñamo de Manila.

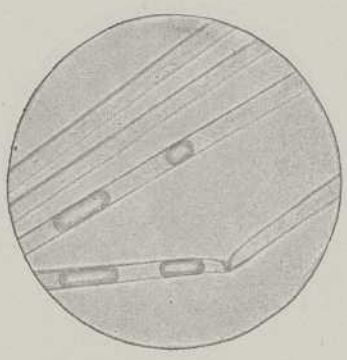


Fig. 83.—Kapok.

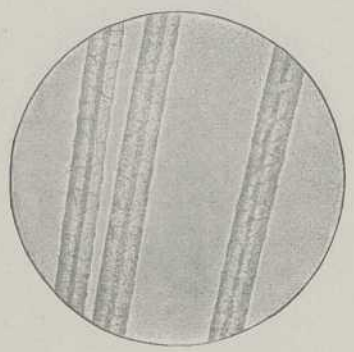


Fig. 84.—Lana con médula.

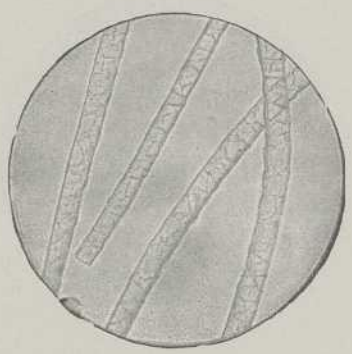


Fig. 85.—Lana de oveja.

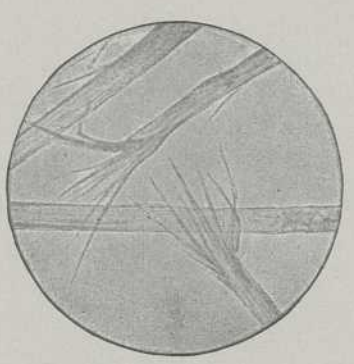


Fig. 86.—Lana regenerada o mecánica.

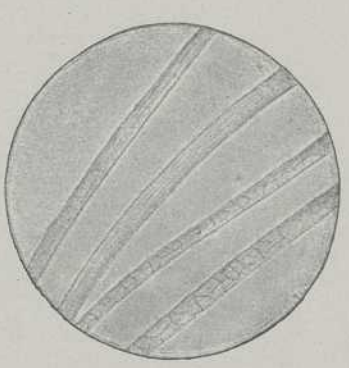


Fig. 87.—Pelos de cabra de Angora.

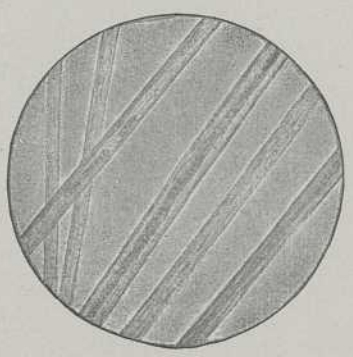


Fig. 88.—Pelo de camello.

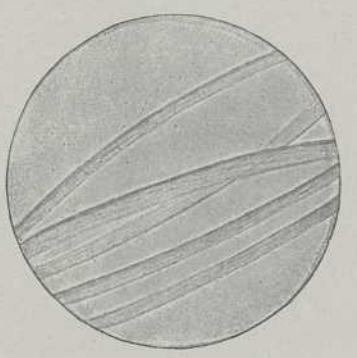


Fig. 89.—Pelos de vicuña.

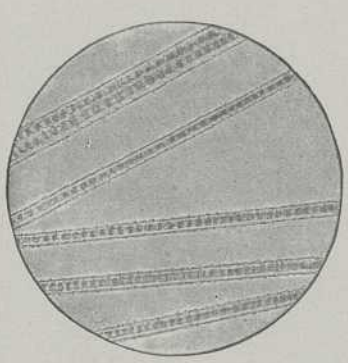


Fig. 90.—Pelos de conejo.

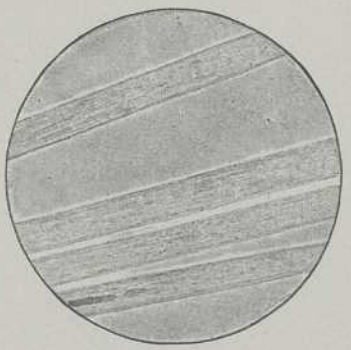


Fig. 91.—Cabellos de mujer.

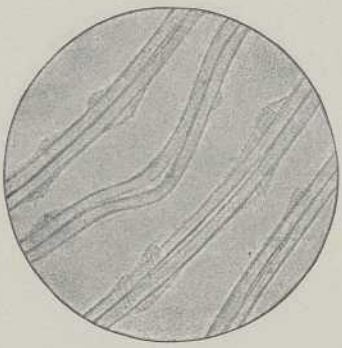


Fig. 92.—Seda cruda.

Fig. 93.—Secciones de la seda cruda.

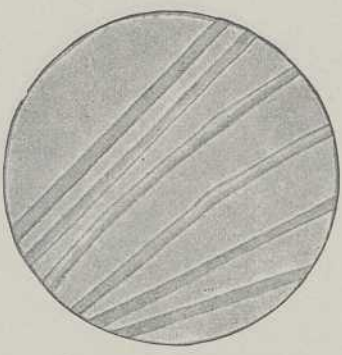


Fig. 94.—Seda cocida.

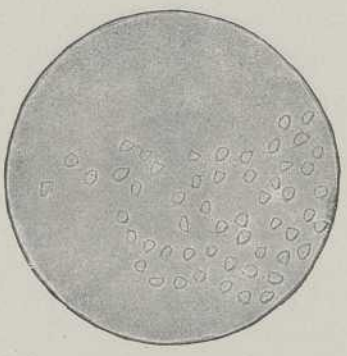


Fig. 95.—Secciones de la seda cocida.

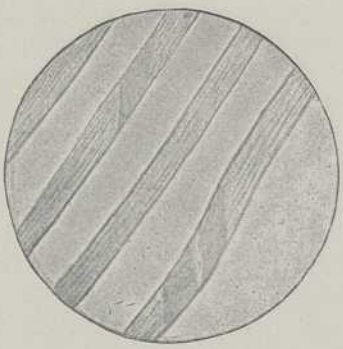


Fig. 96.—Seda selvática (tussah).

Fig. 97.—Secciones de la seda selvática.

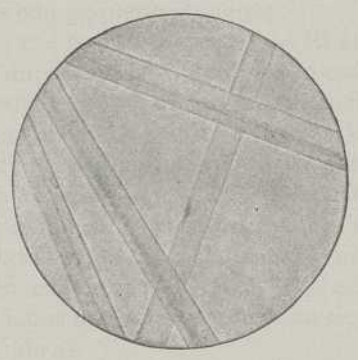


Fig. 98.—Seda Chardonnet.

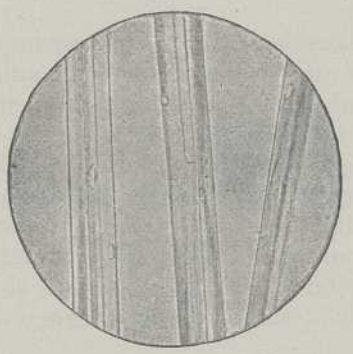


Fig. 99.—Seda Lehner.

Fig. 100.—Secciones de la seda Lehner.

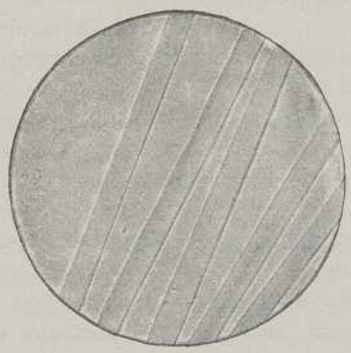


Fig. 101.—Seda de celulosa (Bronnert).

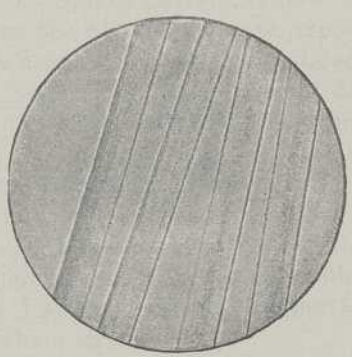


Fig. 102.—Seda viscosa.

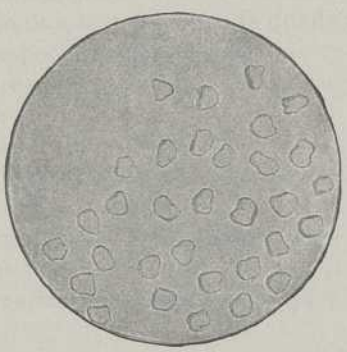
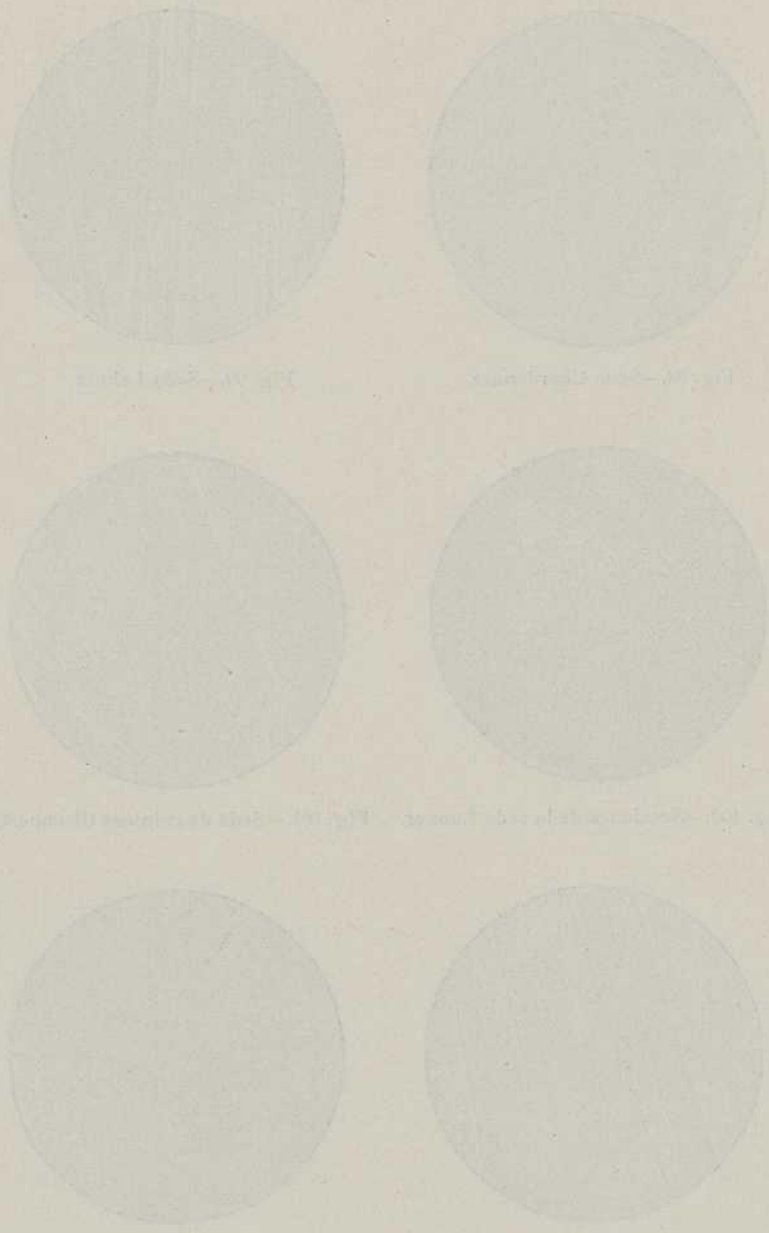


Fig. 103.—Secciones de la seda viscosa.



resulta especialmente evidente en las sedas silvestres, aun observadas con pequeño aumento.

c) *Sedas silvestres.* — El aspecto microscópico de estas sedas es muy característico, por lo cual resulta fácil su reconocimiento y distinción, ya de la seda común ya de las demás fibras textiles. Se presentan (fig. 96 de la Lám. X) en forma de cintas medianamente anchas y marcadamente caracterizadas por un estriado finísimo, debido como se ha dicho a su estructura fibrosa, evidenciada porque las distintas fibrillas no están perfectamente adheridas, y forman delgadísimos canales llenos de aire. Además estas sedas están también caracterizadas por la presencia de anchos haces transversales oblicuos que aparecen con un tinte más o menos claro del general de las fibras.

Las secciones (fig. 97 de la Lám. X) tienen forma aplanada, triangular; en ellas se observan claramente la estructura fibrosa y los canales de aire que separan las fibrillas, canales que son más anchos en las regiones centrales de la sección.

d) *Seda cargada.* — A fin de compensar la pérdida por el desgomado o para aumentar el peso, muy a menudo se incorporan a la seda substancias vegetales, pero más especialmente sales minerales entre las cuales son las más comunes las de estaño, zinc, aluminio.

Las sedas cargadas se distinguen al examen microscópico especialmente por su mayor diámetro; a veces también se pueden notar las incrustaciones formadas por la materia de carga agregada. Además es fácil observar la disgregación de la seda en las diversas fibrillas, que como hemos indicado constituyen el filamento de fibroína. Si se quieren eliminar estas substancias de carga, para mejor observar la fibra al microscopio, se trata la seda del modo indicado más adelante (pág. 634).

5. SEDAS ARTIFICIALES. — Se da este nombre a las fibras artificiales que por su brillante aspecto simulan la seda, pero le quedan muy atrás por las demás cualidades y especialmente por la resistencia. Según la primera materia de que están compuestas, se pueden dividir en los cuatro grupos siguientes:

1. La substancia base de la fibra es la nitrocelulosa (piroxilina). Pertenecen a este grupo las sedas artificiales Chardonnet, Vivier (Seda de Francia), Lehner (Artiseda), Cadoret.

2. La substancia base es la celulosa pura, no nitrada. Corresponden a este grupo las sedas obtenidas por los sistemas de fabricación Langhans, Pauly, Despaissis, Dreaper y Tompkins, Fremery y Urban, Bronnert.

3. La substancia base es la viscosa (xantogenato de celulosa), propuesta por C. H. Stearn y fabricada por el sistema Cross y Bevan.

4. Comprende las otras sedas artificiales fabricadas con gelatinas animales, mediante los sistemas Millar y Hummel (seda

vandura), las cuales, sin embargo, no tienen hoy importancia comercial alguna.

El aspecto al microscopio de las sedas artificiales es muy característico, por lo que resulta muy fácil su reconocimiento y distinción de las otras fibras, y en particular de la seda común. Lo que las diferencia sobre todo es el considerable diámetro, aun teniendo presente que haciendo las preparaciones, como de ordinario, en agua, las mismas fibras se hinchan notablemente.

a) *Seda Chardonnet.*— Esta seda se presenta (fig. 98 de la Lámina XI) en forma de filamentos aislados, a veces algo aplanados, provistos de estrías longitudinales. Con un fuerte aumento se reconoce que la fibra, mejor que de un estriado, está recorrida por numerosos surcos diversos de forma y de longitud, por lo que las fibras difieren siempre las unas de las otras. Observando las secciones de estas fibras, se observan más fácilmente estos surcos, los cuales no son debidos a la forma de la hilera a través de la cual fué pasado el filamento, sino a una irregular contracción. Por lo que respecta al espesor, no se puede con seguridad fijar valor alguno, lo que, por lo demás, se verifica en todas las sedas artificiales, porque estas fibras se entregan al comercio con diámetros diversos según el objeto a que están destinadas.

b) *Seda Lehner.*— Esta seda, que por el aspecto microscópico se parece a la Chardonnet, se presenta más rica que ésta en estrías y surcos, los cuales a veces son tan profundos que aparecen como canales internos más o menos excéntricos (fig. 99 de la Lám. XI). Es también fácil descubrir la presencia de burbujitas de aire esparcidas en la masa de la fibra. Las secciones transversales son bastante características y ponen bien en evidencia los surcos observados longitudinalmente y los seudocanales, porque aparecen con contorno fuertemente sinuoso (fig. 100 de la Lám. XI).

c) *Seda Bronnert.*— Esta seda se presenta con un aspecto muy uniforme y regular, en cilindros algo aplanados, lisos, llenos, a veces levísimamente estriados. Las secciones repiten naturalmente esta forma y se presentan por lo tanto sensiblemente circulares (fig. 101 de la Lám. XI).

d) *Seda de viscosa* (Cross y Bevan).— Su aspecto al microscopio es bastante regular, de forma cilíndrica algo deprimida. Nótase solamente un fino y raro estriado (fig. 102 de la Lám. XI). Las secciones transversales son redondeadas cuadrangulares (fig. 103 de la Lám. XI).

2. Examen químico

Los ensayos químicos comprenden: La determinación de la humedad, de las cenizas, la investigación y determinación del apresto,

la investigación cualitativa de la naturaleza de la fibra, la determinación cuantitativa de las distintas fibras que entran a formar la muestra en examen, la investigación de la naturaleza del tinte y de su resistencia, el reconocimiento de la naturaleza y del grado de la impermeabilización, el reconocimiento y determinación de la carga de las sedas, la distinción entre algunos productos en bruto y blanqueados. Practícanse según las indicaciones dadas a continuación.

1. Determinación de la humedad.

a) En el laboratorio. — Unos 5 gr del producto en examen, cortado, si se trata de tejido, del modo indicado en la página 637, se pesan exactamente en un pesafiltros tarado de cierre hermético. La muestra del peso p se pone extendida sobre una hoja de papel en la estufa de aire, y se calienta por 3-4 horas a 100°-105° C; repónese en el pesafiltros y se deja así en la estufa a la misma temperatura por otras dos horas aproximadamente. Pásase en fin el pesafiltros con la muestra al desecador y al cabo de ½ hora se vuelve a pesar rápidamente. Como comprobación puede ponerse de nuevo el pesafiltros con la muestra en la estufa, dejarlo por otras dos horas y volver a pesar. La pérdida de peso p' representa la humedad de la muestra pesada p y por lo tanto la humedad por 100 será:

$$H = \frac{p' \times 100}{p}$$

b) En los establecimientos de acondicionamiento. — Se han instituído establecimientos especiales llamados de acondicionamiento, a fin de determinar el peso mercantil (acondicionado) de una partida dada de fibra o de hilado. Este peso se obtiene agregando al peso del producto seco (peso absoluto) un tanto por ciento prefijado de humedad, reconocido como normal al estado seco por la fibra en cuestión, llamado *reprisa*. Las oficinas de acondicionamiento se ocuparon primero solamente en la seda, pero hoy se ocupan en las otras materias textiles y los correspondientes hilados, y de un modo particular en la lana y en el algodón.

Los valores desde hace tiempo establecidos para las reprisas, y que no obstante sería conveniente revisar y verificar especialmente para algunas fibras, por ejemplo las de lana, son los siguientes:

Por la lana bruta	=	16	por 100
» » » peinada en tops bruto .	=	19	»
» » » » » purgado.	=	18,25	»
» » » cardada	=	17	»
» » seda	=	11	»
» el algodón	=	8,5	»
» » lino y el cáñamo	=	12	»
» » yute	=	13,75	»

1. *Acondicionamiento de la seda.* — El acondicionamiento de una partida dada de seda se lleva a cabo del siguiente modo:

La bala de seda presentada se pesa con exactitud, tomando nota de su peso bruto. Sepárase el embalaje (tela, papel, cuerdas) y se pesa. Restado este peso del bruto de la bala se tiene el peso neto de la seda. En cuanto se ha efectuado la pesada se toman de las diversas partes de la bala cierto número de madejas de peso total comprendido entre 750 y 1500 gr, subdividiéndolas en tres partes aproximadamente iguales entre sí y poniéndolas en sendos recipientes que se taparán en seguida. Cada una de las tres partes, de tal modo tomadas, es pesada con precisión. No es indispensable que los tratamientos subsiguientes se verifiquen inmediatamente, sino que pueden esperar su turno, siendo ya conocido el peso de la partida y de las muestras tomadas en las condiciones de humedad en que fueron presentadas. De las tres partes o muestras mencionadas, se pesan dos separadamente al estado seco, haciendo uso del aparato que se describe a continuación, y la tercera se deja como reserva por si hubiera necesidad de una comprobación.

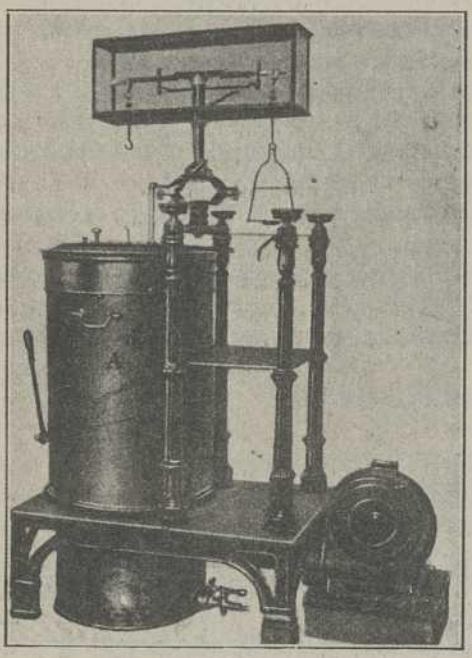


Fig. 104.

El aparato empleado en la mayor parte de los establecimientos de acondicionamiento es el de Corti de Milán (fig. 104). La muestra que se ha de acondicionar se pone en una cesta de aluminio abierta superiormente y con el fondo constituído por un enrejado de alambres de aluminio. Esta cesta puede suspenderse del extremo inferior de una espiga cilíndrica que se halla en el interior de una estufa de aire (*A*) cuya parte superior, que sale de la estufa, puede suspenderse de uno de los brazos de una balanza. El caldeo se obtiene mediante una corriente de aire caliente, la cual por la acción de un aspirador apropiado atraviesa la estufa, y por lo tanto el hilado, a una presión ligeramente superior a los 15 mm de agua y en cantidad de 2 ½ metros cúbicos por minuto. Con esta disposición la muestra es rápi-

damente secada hasta peso constante. El aire se admite en la cámara de desecación a una temperatura de 140° C. El aparato está provisto de válvulas de cierre hermético de modo que en el momento de la pesada pueda ser perfectamente interceptado el aflujo del aire.

La determinación del peso absoluto se hace separadamente, como se dijo, sobre dos de las tres muestras tomadas. Si la diferencia entre los resultados obtenidos en las dos pruebas no excede de 0,3 por 100, la suma de los pesos primitivos y de los respectivos pesos absolutos de las dos muestras experimentadas sirve como base para la determinación del peso mercantil de la partida; si la citada diferencia excede de 0,3 por 100, pero es inferior a 1 por 100, se determina el peso absoluto de la tercera muestra, y si la suma de las diferencias entre los resultados de las tres pruebas no excede de 1 por 100, se toman los tres pesos primitivos y los tres pesos absolutos, respectivamente sumados entre sí, como base para el cálculo del peso mercantil. En los casos desfavorables se toman nuevas muestras y se repiten las pruebas.

El cálculo del *peso mercantil* de la partida se hace del siguiente modo: Tomando por base la suma de los pesos primitivos, la de los pesos absolutos de las muestras experimentadas, y el peso neto de la partida, se calcula el peso absoluto de esta última. Agrégase a este último peso la reprisa a razón del 11 por 100 y se obtiene el peso mercantil.

EJEMPLO:

Peso bruto.	104,82 Kg
Tara verificada	1,21 »
Peso neto.	103,61 Kg.

Tomadas 21 madejas para experimentación de acondicionamiento, 14 de ellas, del peso primitivo 975,800 gr, fueron reducidas al absoluto de 872,700 gr.

De aquí resulta, para el peso neto de la partida, el absoluto de	92,66 Kg
Aumento del 11 por 100 sobre 92,66 . . .	10.19 »
Peso mercantil	102,85 Kg
o sea una rebaja de 0,73 por 100	0,76 »
Peso neto primitivo	103,61 Kg.

Siempre que el hilandero o el hilador, para determinados fines, haya recurrido al empleo de un engrudo (a base de vaselina, o de glicerina, o de jabón, o de materias grasas, o de bórax, o de otras substancias), se obtendrán sedas crudas aprestadas, las cuales durante el acondicionamiento pierden además del agua una parte del apresto. Cuando se trata de sedas fuertemente aprestadas y cuando el apresto está formado por substancias fácilmente volatilizables, la diminución de peso a expensas del apresto a

causa del acondicionamiento resulta muy sensible (1). Para conocer cuál ha sido este exceso de diminución de peso en la operación del acondicionamiento, habrá que buscar químicamente la proporción de las materias extrañas presentes en la seda, antes y después de la prueba de acondicionamiento. La diferencia que se hallará entre estas dos determinaciones, dará la indicación mencionada.

2. *Acondicionamiento de la seda artificial.* — El ensayo de acondicionamiento de la seda artificial se hace a la temperatura de 120° C.

3. *Acondicionamiento de la lana.* — El acondicionamiento de la lana y de los correspondientes hilados se hace a la temperatura de 110° C.

4. *Acondicionamiento del algodón.* — Para el algodón y para los correspondientes hilados puede hacerse el acondicionamiento a 105°-110° C, adoptando para la reprisa el valor de 8 ½ por 100. Para los hilados retorcidos en estado húmedo se han tomado acuerdos especiales. Por lo que respecta a la toma de las muestras, se eligen de cada bala, si se trata de pacas de madejas de algodón, tres o cuatro madejas, o bien se toman de cada caja nueve o diez cops cuando el hilado se halle devanado en esta forma. Las muestras elegidas se cierran en recipientes de cierre hermético, llenándolos si fuese posible, y luego se envían a la oficina de acondicionamiento con las indicaciones referentes al peso de la partida de que fueron tomadas. Si en las pruebas de acondicionamiento el contenido en agua de la muestra excede de 12 por 100, la mercancía puede ser rehusada.

Para la lana, para el algodón y para los correspondientes hilados, y también para la seda artificial, la diferencia máxima tolerable entre los resultados de las pruebas de acondicionamiento de las dos primeras muestras es de 0,5 por 100. En estos casos no es necesario acondicionar una tercera muestra. Si tal diferencia excede de 0,5 por 100 pero no de 1 por 100, se acondiciona la tercera muestra, y cuando la suma de las diferencias entre los resultados obtenidos en las tres pruebas no excede de 1 por 100, se toman los pesos primitivos y los respectivos pesos absolutos de las tres muestras como base del peso mercantil. En los casos contrarios se repite el tratamiento sobre las tres muestras. El cálculo del peso mercantil se efectúa del modo antes indicado para la seda, adoptando en cada caso para la reprisa el valor que corresponde a la fibra de que el hilado resulta constituído.

2. Determinación de las cenizas.—Unos 5 a 10 gr del producto en examen se calientan en cápsula tarada, primero con llama pequeña y después aumentándola gradualmente. La incineración se completa en mufla mantenida al rojo obscuro. La cápsula se deja luego enfriar

(1) Sobre la volatilización durante el acondicionamiento de algunas substancias que se aplican al apresto de las sedas crudas, V. public. del *Laboratorio di studi e esperienze sulla seta* (Milán, 1909).

en el desecador y por fin se pesa. La diferencia entre este peso y el de la cápsula vacía representa el peso de las cenizas correspondientes al de la muestra sometida al ensayo. Las cenizas se refieren luego a 100 partes de la muestra en examen.

En el caso de la *seda* se suele también determinar el *grado de alcalinidad de las cenizas*. A este fin se lixivian las cenizas con 400 veces su peso de agua destilada hirviente, y del extracto acuoso que así se obtiene se determina el grado de alcalinidad que se refiere luego a 100 partes de seda seca y se expresa como óxido de sodio.

3. Investigación y determinación del apresto.—Las substancias que se emplean para dar el apresto a los hilados y a los tejidos y que constituyen aquella especie de pátina superficial que sirve para dar al producto un aspecto particular (opaco, brillante, moaré, etc.) o para comunicarle mayor o menor consistencia o rigidez, son bastante numerosas. Entre tales substancias se pueden citar principalmente: harina, almidón, fécula, dextrina, gomas, gelatinas vegetales, grasas, aceites, jabones, cera, parafina, estearina, glicerina, glucosa, bórax, cloruro de calcio o de magnesio, sales amoniacales, caolín, sales de plomo, de calcio, de bario, etc.

Los productos que son con preferencia preparados, a veces con cantidades bastante notables de apresto, son los de algodón. También los tejidos de seda son fuertemente aprestados; pero para éstos no se trata de un simple estrato superficial de materia extraña, porque las substancias constitutivas de la llamada *carga* de las sedas quedan, al menos en parte, incorporadas a la fibra (V. más adelante Carga de las sedas).

En general el apresto de los productos de algodón se puede expulsar haciendo hervir el tejido con agua y frotándolo luego entre las manos. El apresto se desprende y en parte se disuelve en el agua (dextrina, glucosa, glicerina, goma, sales minerales solubles), en parte va al fondo del agua (caolín, sales minerales insolubles). Así en el agua en que se ha hecho hervir y se ha frotado la muestra en examen, se pueden luego identificar con los métodos analíticos ordinarios las diversas substancias que formaban el apresto de la misma muestra. Las sales minerales, no volátiles, se pueden también buscar en las cenizas del tejido. Hay que advertir no obstante que en las cenizas de los productos teñidos se hallan también los óxidos metálicos provenientes de las sales que se pueden haber empleado como mordentes en la tintura (sales de cobre, de cromo, de hierro, de antimonio, de estaño, de aluminio, etc.), las cuales no son eliminadas por simple ebullición con agua y con el frotamiento.

Para una investigación sistemática conviene primero desecar la muestra en estufa a 105°, luego agotarla con éter en un aparato de extracción, y en el extracto etéreo buscar las grasas, la cera, la parafina; por fin hacerla hervir con agua frotándola también entre

las manos, y buscar en el líquido las demás substancias mencionadas.

Para la *determinación cuantitativa* del apresto, por ejemplo en los tejidos de algodón, se puede seguir el siguiente método:

Sobre unos 5 gr de tejido se determina la humedad del modo indicado en la pág. 627.

Otro pedazo de tejido de unos 5 gr de peso, o bien el mismo pedazo empleado para la determinación de la humedad, en el caso de que no se tenga otro a disposición, se impregna perfectamente de agua, se exprime entre las manos para eliminar el exceso de agua, y se sumerge en 100 cm^3 de solución de carbonato sódico cristalizado al 1 por 1000 que estén ya hirviendo moderadamente en un vaso. Se sigue hirviendo moderadamente por un cuarto de hora exacto. Se aparta del fuego, se tira el líquido y se lava el tejido dos o tres veces por decantación con agua destilada caliente. Termínase el lavado bajo un chorro de agua, frotando ligeramente y con cuidado entre los dedos el tejido.

Entretanto en otro vaso se ponen a hervir 100 cm^3 de ácido clorhídrico al 3 por 100 (3 cm^3 de ácido clorhídrico concentrado de peso esp. 1,19 en 100 cm^3 de agua destilada), y cuando el líquido comienza a hervir se agrega el tejido que ha sufrido el tratamiento expuesto. Pónese el vaso en un baño maría bien hirviente y se deja allí por un cuarto de hora. Tírase el ácido, lávase dos o tres veces por decantación con agua caliente y luego al chorro de agua. Vuélvese el tejido al vaso y se agrega alcohol absoluto, se agita, se vierte el alcohol, se lava con nuevo alcohol exprimiendo entre los dedos el tejido; en conjunto se emplean no más de 50 cm^3 de alcohol. Después se lava y se exprime con un poco de éter. El tejido así tratado se pone en estufa de aire a 100°-105° C por unas dos horas, y después se pesa.

La pérdida de peso total da el apresto, más la humedad; restando esta última, ya determinada aparte, se tiene el apresto (1).

Si se desea luego sáber las proporciones de algodón y del apresto en el estado en que se encuentran en el tejido en examen, basta distribuir la humedad en partes proporcionales entre algodón y apresto Además se podrá, si conviene, calcular la cantidad de apresto correspondiente a 100 partes de tejido bruto.

EJEMPLO: 5 gr de tejido pierden a la estufa a 100°-105° C. 0,347 gr. Humedad por 100 = 6,94.

5 gr del tejido tratados con carbonato sódico, luego con ácido clorhídrico, etc., pierden 1,052 gr. Apresto + humedad por 100 = 21,04.

---

(1) Por el tratamiento descrito se elimina totalmente el apresto de los tejidos; pero al mismo tiempo se elimina también una parte de la substancia colorante (si el tejido está teñido), la cual, no obstante, no está de ordinario en cantidad notable.

Teniéndose

a)	Humedad.	6,94 por 100
b)	Apresto seco.	14,10 »
c)	Algodón seco	78,96 »
		100,00

Si se quiere distribuir la humedad entre apresto y algodón, basta formar la siguiente proporción:

$$\underset{(100-a)}{93{,}06} : \underset{(a)}{6{,}94} = \underset{(b)}{14{,}10} : x$$

(humedad que hay que asignar al apresto)

$$x = 1{,}05.$$

Por consiguiente el apresto, con la correspondiente humedad, será:

$$14{,}10 + 1{,}05 = 15{,}12$$

y por lo tanto el algodón, con su humedad, será:

$$100 - 15{,}12 = 84{,}88.$$

Y el tejido estará formado por

Apresto.	15,12 por 100
Algodón.	84,88 »

Por fin el apresto respecto a 100 partes de tejido vendrá dado por la proporción

$$84{,}88 : 15{,}12 = 100 : x$$

$$x = 17{,}81.$$

4. **Investigaciones cualitativas sobre la naturaleza de las fibras.** —Estas investigaciones tienen por objeto diferenciar entre sí grupos de fibras, como por ejemplo las fibras de origen animal de las de origen vegetal; o bien diferenciar entre sí ciertas fibras dadas. Sirven, de ordinario, como ensayos preliminares de orientación para el análisis microscópico, a fin de limitar el campo de las investigaciones a un grupo dado de fibras; en algunos casos pueden también servir para confirmar los resultados de la observación al microscopio.

Cuando se trate de productos muy colorados o fuertemente aprestados conviene, antes de proceder a los ensayos indicados más adelante, tratar de eliminar la mayor parte posible del apresto y del color mediante los tratamientos expuestos en las págs. 631 y 634, a propósito de la investigación y de la determinación del apresto, y de la carga de las sedas.

Los ensayos que más comúnmente se llevan a cabo son los siguientes:

1. PRUEBAS PARA DISTINGUIR LAS FIBRAS ANIMALES DE LAS VEGETALES.

a) Acércase a una llama un poco de la muestra en examen; si arde despidiendo olor a cuerno quemado y dejando un carbón esponjoso que queda adherido a la parte de la fibra no quemada, se trata

de fibras animales. Si arde rápidamente, despidiendo olor empireumático, sin dejar carbón, pero sólo una ceniza ligera, se trata de fibras vegetales.

La seda muy cargada arde a veces como las fibras vegetales y deja notables cantidades de cenizas, que contienen principalmente óxidos o sales de estaño, óxidos de aluminio o de hierro; pero tomando un pedazo grande de la muestra se puede en algunos casos percibir bastante bien el olor de cuerno quemado. En los casos de duda se debe expulsar en lo posible la carga de un pedazo del producto en examen y repetir sobre él la prueba de combustión. Para expulsar la carga se calienta a 60° con solución de carbonato sódico al 2 por 100, y después a la misma temperatura con una solución de bioxalato potásico al 5 por 100. O bien se trata con sulfuro sódico al 3 por 100 y después con ácido clorhídrico al 2 por ciento. O bien con el ácido clorhídrico al 1-2 por 100 calentando a 60° y después con carbonato sódico al 2 por 100 calentando a 80°. Cuando la fibra está privada en gran parte de apresto, carga y color, presenta caracteres normales y arde despidiendo olor de cuerno quemado.

b) Se hace hervir por algunos minutos un poco de la muestra con una solución al 10 por 100 de potasa cáustica: las fibras animales se disuelven, pero no las vegetales.

2. PRUEBAS PARA DISTINGUIR LOS PRODUCTOS DE SEDA NATURAL DE LOS DE SEDA ARTIFICIAL Y ESTOS ÚLTIMOS ENTRE SÍ (1).

a) Se aproxima un pedazo de la muestra a una llama: las sedas naturales (seda común y sedas silvestres) arden despidiendo olor de cuerno quemado y dejan carbón esponjoso (a excepción de las sedas muy cargadas); las sedas artificiales a base de celulosa arden rápidamente, casi sin olor y sin dejar residuo; las estenosadas dejan cenizas que conservan la forma filamentosa; las sedas artificiales a base de gelatina (seda A. Millar, seda vandura) arden como las fibras animales.

b) Introdúcese un pedazo de la muestra en frío en ácido clorhídrico concentrado o en ácido sulfúrico a 58° Bé: la seda natural común no cargada se disuelve en seguida, la fuertemente cargada y las sedas naturales silvestres se disuelven más lentamente; las sedas artificiales se disuelven al cabo de algún tiempo; la a base de gelatina primero se reblandece y después se disuelve en unas dos horas.

c) Se trata un pedazo de la muestra con solución de potasa cáustica al 10 por 100, calentando hasta ebullición: la seda natural común no cargada se disuelve muy pronto; la cargada y las sedas naturales silvestres se disuelven en un tiempo más largo; las sedas artificiales no se disuelven, a excepción de la de gelatina.

---

(1) A. SOLARO: *Studio microscopico e chimico per il riconocimento delle fibre vegetali, lane, ecc.* Milán 1914, págs. 341 y 383.

d) Se trata un pedazo de la muestra con solución de cloruro de zinc a 60° Bé (V. la preparación en la pág. 639) a la ebullición: las sedas naturales, aun las cargadas blancas o de color y las artificiales a base de nitrocelulosa se disuelven en un minuto, las sedas cargadas teñidas de negro y las sedas artificiales de celulosa y de viscosa se disuelven en minuto y medio aproximadamente; las silvestres requieren algunos minutos para disolverse completamente.

e) Se introduce un pedazo de la muestra en el líquido de Löwe (V. la preparación en la pág. 639) en frío: las sedas naturales, si no están cargadas, se disuelven en 10 minutos; las cargadas, y especialmente las sedas silvestres, no quedan completamente disueltas ni aun en dos horas; las sedas artificiales no se disuelven, a excepción de la de gelatina, que se reblandece y se disuelve al cabo de algún tiempo.

f) Se disuelve un pedazo de la muestra en ácido sulfúrico concentrado purísimo, y a la solución se agrega un cristalito de sulfato de difenilamina: con las sedas artificiales a base de celulosa nitrada, se obtiene una coloración azul. Esta prueba no puede hacerse más que con fibras no teñidas.

3. PRUEBAS PARA DISTINGUIR LA LANA DE LA SEDA.

a) Se disuelve un pedazo de la muestra en la potasa cáustica al 10 por 100 y a la solución se agregan algunas gotas de nitroprusiato sódico: con la lana se obtiene una coloración violeta, con la seda ninguna coloración.

b) Se hace hervir un pedazo de la muestra por algunos minutos en una solución de cloruro de zinc a 60° Bé (V. la preparación en la pág. 639); la seda se disuelve, la lana no.

4. PRUEBAS PARA DISTINGUIR EL CÁÑAMO DEL YUTE.

a) Con solución de floroglucina (floroglucina 1 gr, alcohol 12,5 cm^3, ácido clorhídrico concentrado 2,5 cm^3) el yute se tiñe de rojo rosado, especialmente al cabo de algunos instantes; el cáñamo se colora ligerísimamente de rosado.

b) Con ácido nítrico que contenga vapores nitrosos: el cáñamo se tiñe de amarillo y el yute en rojo sanguíneo.

5. PRUEBA PARA DISTINGUIR EL LINO DEL CÁÑAMO.

Sométese el producto en exámen al siguiente tratamiento: Viértese en varias veces sobre la muestra en examen, decantando cada vez, una solución calentada a 90°-95° C de carbonato sódico cristalizado al 3 por 100; déjase sumergido en dicho líquido por media hora aproximadamente mientras se va enfriando paulatinamente. Lávase con agua frotando con cuidado y se deja secar al aire. La muestra así tratada y secada se sumerge repetidamente en éter de petróleo, frío, frotándolo fuertemente cada vez entre las manos y dejándolo al fin expuesto al aire por algunas horas. Durante este tratamiento conviene renovar varias veces el éter de petróleo.

Deshiláchanse, sirviéndose de un cortaplumas, los extremos de

algunos filamentos o de algunos hilos de la muestra tratada del modo descrito y luego, sosteniéndolos por un cabo y apoyándolos sobre una tablilla de madera no demasiado dura, se peina la porción deshilachada por medio de un cepillo metálico armado de agujas delgadísimas acodadas, lo cual se hace con objeto de descomponer, en lo posible, los hacecillos de fibras en sus elementos. El extremo así desfibrado se rasca con cuidado con un cortaplumas del mismo modo que se hace para las observaciones microscópicas. Las fibras que se obtienen por este último tratamiento, privadas de los elementos más bastos, se alargan y agrupan por medio de agujas, repitiendo dos o tres veces estas operaciones; por fin, comprimiéndolas ligeramente con la yema del dedo se disponen de modo que formen un copo homogéneo y compacto. Córtanse entonces con unas pequeñas tijeras las rebabas, dando al copo una forma aproximadamente circular de medio cm aproximadamente de diámetro y de 1 mm aproximadamente de espesor. El copo de fibras así preparadas se dispone delicadamente mediante una aguja sobre una mezcla de agua y alcohol (25 cm^3 de alcohol absoluto diluídos hasta 100 cm^3 con agua destilada) contenida en un pesafiltros común y mantenido a la temperatura de 20°-22° C. Las fibras de *cáñamo*, en cuanto se ponen en contacto con el líquido, se embeben rápidamente, y agitando, aun suavemente, *caen al fondo*; las de lino resisten a la imbibición y *flotan* en el líquido aun cuando se agite.

5. Determinación cuantitativa de las distintas fibras en los tejidos mixtos.—Esta determinación cuantitativa tiene por fin conocer la cantidad de las diversas fibras constitutivas de un tejido, por ejemplo, la cantidad de lana y algodón que concurren a formar una franela; o bien la cantidad de seda que se encuentra en un tejido mixto de esta fibra, etc.

Esta determinación puede obtenerse por dos métodos: Por deshilachado y por vía química. El primer método es el más sencillo y seguro, y consiste en separar mecánicamente los hilos de diversa naturaleza que entran a formar el tejido en examen y pesarlos luego separadamente. Este método se puede emplear solamente en el caso en que tanto los hilos de trama como los de urdimbre resulten respectivamente constituídos por una sola materia textil. Se puede adoptar, por ejemplo, el método por deshilachado para un tejido formado en trama por sólo lana y en urdimbre por sólo algodón.

Cuando el tejido en examen no se halla en las condiciones señaladas, como por ejemplo en el caso de tejidos preparados con hilados mixtos, en los que llevan penachitos de seda, etc., o cuando el tejido no permita ser deshilachado, hay que proceder al análisis por vía química, mediante el cual se separan las diversas fibras con disolventes oportunos.

En algunos casos se pueden también aplicar los dos métodos

simultáneamente. Por ejemplo, en el caso en que es posible separar mecánicamente los hilos de urdimbre de los de trama y que sólo los primeros están formados por hilado mixto, se pueden separar por deshilachado los hilos de urdimbre de las tramas y someter luego los primeros al análisis por vía química.

A) MÉTODO POR DESHILACHADO.—Se pesa un pedazo del tejido con los bordes exactamente cortados sin rebabas y de modo que sigan los hilos de trama y los de urdimbre. Cuando se trata de tejidos trabajados, brocados, recamados y semejantes, es necesario cortar la muestra de manera que esté representado todo el diseño o una parte proporcional del mismo. Luego, por medio de pinzas especiales, se separan los hilos de las diversas especies, recogiéndolos en pesafiltros tarados; por fin se pesan los diversos hilos así recogidos.

B) MÉTODO POR VÍA QUÍMICA.—*Generalidades*: Con el análisis por vía química se obtienen separadas las diversas fibras que componen un tejido al estado seco, y por esto es necesario determinar, además de las fibras, la humedad, el apresto y el color del tejido. Obtenida así la composición centesimal del tejido, en fibras secas (de lana, de algodón, etc.), humedad, apresto y color, si se desea calcular la composición del mismo en hilados, como se tendría por el deshilachado mecánico, es necesario distribuir proporcionalmente a los tantos por ciento de las diversas fibras, el apresto y colores hallados, y distribuir la humedad hallada, proporcionalmente a las fibras según algunos coeficientes llamados de *humedad normal*. Las humedades normales, para los principales tipos de fibras, que hay que adoptar en los análisis químicos, pueden ser las siguientes (1):

	Referida a 100 p. de fibra	Referida a 100 p. de fibra seca
Para el algodón	7,50	8,11
Para la lana.	11,00	12,36
Para la seda.	8,50	9,29
Para la seda cargada negra	12,00	13,64
Para la seda cargada blanca o de colores.	9,00	9,89

El cálculo para deducir la composición de los tejidos de los datos hallados con el análisis químico se hace del siguiente modo:

Sea H = humedad total por 100;
A = apresto y color total por 100;
$f_1, f_2, f_3, \ldots$ = tantos por ciento de las fibras puras y secas;
$a_1, a_2, a_3, \ldots$ = apresto y color para cada fibra;
$h_1, h_2, h_3, \ldots$ = humedad para cada fibra;
$k_1, k_2, k_3, \ldots$ = coeficientes de humedad normal por ciento de fibra seca;
$x_1, x_2, x_3, \ldots$ = tanto por ciento de cada fibra en el tejido con su apresto y con su humedad.

(1) De un estudio verificado en el *Labor. Chim. centrale delle Gabelle*, por A. SOLARO.

Se tendrá:

1. Que el apresto y color para cada fibra vendrá dado respectivamente por las fórmulas:

$$(I) \qquad a_1 = \frac{A f_1}{100 - H - A}$$

$$a_2 = \frac{A f_2}{100 - H - A}$$

$$a_3 = \frac{A f_3}{100 - H - A}.$$

2. Que la humedad que hay que distribuir a cada fibra vendrá dada respectivamente, en el caso de dos fibras por las fórmulas:

$$(II) \qquad h_1 = \frac{H f_1 k_1}{f_1 k_1 + f_2 k_2}$$

$$h_2 = \frac{H f_2 k_2}{f_1 k_1 + f_2 k_2},$$

y en el caso de tres fibras por las fórmulas:

$$(III) \qquad h_1 = \frac{H f_1 k_1}{f_1 k_1 + f_2 k_2 + f_3 k_3}$$

$$h_2 = \frac{H f_2 k_2}{f_1 k_1 + f_2 k_2 + f_3 k_3}$$

$$h_3 = \frac{H f_3 k_3}{f_1 k_1 + f_2 k_2 + f_3 k_3}.$$

3. Que el tanto por ciento de cada fibra en el tejido, con su apresto, color y humedad, vendrá dado respectivamente por las fórmulas:

$$(IV) \qquad \begin{aligned} x_1 &= f_1 + a_1 + h_1 \\ x_2 &= f_2 + a_2 + h_2 \\ x_3 &= f_3 + a_3 + h_3. \end{aligned}$$

Si no es necesario tener el apresto y la humedad distintos para cada fibra, se podrán obtener directamente (como sucede de ordinario) las cantidades de fibras con su apresto, color y humedad, sirviéndose de las siguientes fórmulas, para el caso de dos fibras:

$$(V) \qquad x_1 = \frac{f_1 (100 - H)}{100 - H - A} + \frac{H f_1 k_1}{f_1 k_1 + f_2 k_2}$$

$$x_2 = \frac{f_2 (100 - H)}{100 - H - A} + \frac{H f_2 k_2}{f_1 k_1 + f_2 k_2}$$

y por las siguientes para el caso de tres fibras:

(VI)
$$x_1 = \frac{f_1 (100 - H)}{100 - H - A} + \frac{H f_1 k_1}{f_1 k_1 + f_2 k_2 + f_3 k_3}$$
$$x_2 = \frac{f_2 (100 - H)}{100 - H - A} + \frac{H f_2 k_2}{f_1 k_1 + f_2 k_2 + f_3 k_3}$$
$$x_3 = \frac{f_3 (100 - H)}{100 - H - A} + \frac{H f_3 k_3}{f_1 k_1 + f_2 k_2 + f_3 k_3}.$$

Para la aplicación de estas fórmulas, véanse los ejemplos puestos más adelante para los distintos casos.

Reactivos: Los reactivos necesarios para el análisis cuantitativo de los tejidos por vía química son los siguientes:

1. Solución acuosa de carbonato sódico cristalizado al 1 por 1000;
2. Acido sulfúrico de 58 Bé (1000 cm³ de ácido sulfúrico concentrado puro de 66° Bé en 530 cm³ de agua destilada);
3. Solución acuosa de potasa cáustica al 10 por 100;
4. Cloruro de zinc. Disuélvense 100 gr de cloruro de zinc en 80 cm³ de agua, se agregan 4 gr. de óxido de zinc y se calienta al baño maría por una hora aproximadamente, agitando con frecuencia; una vez frío se filtra por amianto o por lana de vidrio; la solución debe marcar 60° Bé: en caso contrario se diluye o se concentra hasta darle exactamente la densidad prescrita.
5. Líquido de Löwe. Se disuelven 16 gr de sulfato de cobre en 150 cm³ de agua, se agregan 10 gr de glicerina anhidra y luego una solución de sosa hasta que el precipitado que al principio se forma quede disuelto, pero evitando la adición de un exceso de sosa. Consérvase en frascos bien cerrados y en la obscuridad.

Modo de operar:

1. Tejido mixto de lana y algodón.

a) Determinación de la humedad: Como se describe en la página 627.

b) Determinación del algodón.—Un pedazo de tejido del peso p=3-5 gr se hace hervir por un cuarto de hora con 100 cm³ de carbonato sódico. Se lava bien con agua corriente. Se inmerge en 100 cm³ de solución de potasa hirvientes en un vaso de vidrio y se deja en él por veinte minutos. Lávase con agua corriente, se hace hervir por un cuarto de hora con 100 cm³ de agua destilada, se lava con alcohol, luego con éter y por fin se deseca en la estufa a 100°-105° y se pesa.

El peso restante (c) de tejido representa el algodón contenido en el peso p de tejido empleado, y por lo tanto el algodón por ciento (f_1) será:

$$f_1 = \frac{c \times 100}{p}.$$

c) Determinación de la lana.—Otro pedazo de tejido, de peso p = 3 a 5 gr se hace hervir por un cuarto de hora con 100 cm³ de

carbonato sódico. Se lava con agua corriente. Se inmerge por 2 horas en el ácido sulfúrico, en frío. Lávase con agua corriente. Se hace hervir por un cuarto de hora con 100 cm³ de agua destilada. Lávase con alcohol y luego con éter. Desécase a 100°-105° del modo usual y se pesa.

El peso del tejido restante (l) representa la lana contenida en el peso p de tejido empleado, y por lo tanto la lana (f_2) por ciento será:

$$f_2 = \frac{l \times 100}{p}.$$

d) Apresto, color y pérdidas.—Obtiénense juntos, por diferencia, restando de 100 la suma de los tantos por ciento hallados de humedad, de algodón y de lana ($H + f_1 + f_2$).

EJEMPLO:

a) 5 gr de tejido pierden 0,385 gr a 100°-105°. Humedad=7,70 por 100;
b) 5 gr de tejido, por el tratamiento con potasa, dejan 2,541 gr de algodón. Algodón = 50,82 por 100;
c) 5 gr de tejido, por el tratamiento con ácido sulfúrico, dejan 1,824 gr de lana. Lana = 36,48 por 100.

De aquí resulta que la composición del tejido es:

a)	Humedad (H)	7,70	por 100
b)	Algodón (f_1)	50,82	» »
c)	Lana (f_2).	36,48	» »
d)	Apresto, color y pérdida (A).	5,00	» »
		100,00	

Si se desea conocer la composición del tejido en lana y algodón tal como se hallan en el mismo tejido, basta aplicar sucesivamente las fórmulas generales I, II, IV; y se tendrá:

$$a_1 = \frac{5 \times 50{,}82}{100 - 7{,}70 - 5} = 2{,}91 \text{ (apresto del algodón).}$$

$$a_2 = \frac{5 \times 36{,}48}{100 - 7{,}70 - 5} = 2{,}09 \text{ (apresto de la lana).}$$

$$h_1 = \frac{7{,}70 \times 50{,}82 \times 8{,}11}{50{,}82 \times 8{,}11 + 36{,}48 \times 12{,}36} = 3{,}68 \text{ (humedad del algodón).}$$

$$h_2 = \frac{7{,}70 \times 36{,}48 \times 12{,}36}{50{,}82 \times 8{,}11 + 36{,}48 \times 12{,}36} = 4{,}02 \text{ (humedad de la lana).}$$

$x_1 = 50{,}82 + 2{,}91 + 3{,}68 = 57{,}41$ (por ciento del algodón aprestado y húmedo).
$x_2 = 36{,}48 + 2{,}09 + 4{,}02 = 42{,}59$ (por ciento de la lana aprestada y húmeda).

A los mismos resultados se habría llegado aplicando directamente las fórmulas V (1).

---

(1) Cuando se trata, como en este caso, de dos solas fibras, una vez asignado el apresto, el color y la humedad relativos a una de ellas, se puede calcular la otra por diferencia, restando de 100 el tanto por ciento de la primera fibra aprestada y húmeda.

Así el tejido puede considerarse formado por:

Hilado de algodón. 57,41 por 100
» » lana . . 42,59 » »

2. Tejido mixto de algodón y seda natural.

a) Determinación de la humedad: Como en la página 627.

b) Determinación del algodón: Como en 1 *b* (1).

c) Determinación de la seda.—Un pedazo de tejido de peso p= 3 a 5 gr se hace hervir por un cuarto de hora con carbonato sódico. Se lava con agua corriente. Se hace hervir por un cuarto de hora con agua destilada. Se lava con alcohol y luego con éter. Se deseca a 100°-105° del modo habitual y se pesa. Así se tiene un peso P de tejido, el cual se inmerge por 1 minuto en 100 cm³ de cloruro de zinc hirviente (2); se lava con agua ligeramente acidulada, después con agua pura, alcohol y éter, se deseca a 100°-105° y se pesa. Así se tiene un peso P' (3).

La seda por ciento de tejido será $\frac{(P - P') \times 100}{p}$.

d) Apresto, color, pérdida.—Se obtienen por diferencia, restando de 100 la suma de los tantos por ciento hallados de humedad, de algodón y de seda $(H + f_1 + f_2)$.

Ejemplo:

a) 4,820 gr de tejido pierden 0,258 gr a 100°-105°. Humedad = 5,35 por 100.

b) 5,243 gr de tejido, por el tratamiento con potasa, dejan 3,607 gr de algodón. Algodón = 68,80 por 100.

c) 4,620 gr de tejido, tratados como se ha dicho en *c*, dan 0,602 gr de seda $(P - P_1)$. Seda = 13,03 por 100.

De donde resulta que la composición del tejido es:

a)	Humedad (H).	5,35	por 100
b)	Algodón (f_1)	68,80	» »
c)	Seda (f_2).	13,03	» »
d)	Apresto, color, pérdida (A).	12,82	» »
		100,00	

Para la distribución del apresto, color y humedad entre las diversas fibras se pueden aplicar directamente las fórmulas V. Llamando x_1 el

(1) En este caso el caldeo al baño maría hirviente se prolonga hasta media hora, porque, especialmente si se trata del examen de tejidos con seda muy cargada o con seda silvestre, la disolución de estas últimas en la potasa se verifica más lentamente que en el caso de la lana.

(2) En el caso de seda cargada teñida de negro es necesario prolongar la inmersión hasta un minuto y medio; en el caso de sedas silvestres hasta 2-3 minutos. En lugar del cloruro de zinc se puede también usar el líquido de Löwe, dejando en éste completamente inmergido el tejido por unas 2-3 horas en frío; o mejor, se hacen dos determinaciones, una con el cloruro de zinc y otra con el liquido de Löwe.

(3) Se entiende que este peso P' referido a 100 partes de tejido representa la cantidad de algodón contenida en el tejido, y por lo tanto sirve de comprobación de la determinación precedente.

tanto por ciento del algodón con su apresto y humedad, y x_2 el de la seda también aprestada y húmeda, e introduciendo los respectivos coeficientes de humedad normal (1), se tendrá:

$$x_1 = \frac{68{,}80 \times 94{,}65}{81{,}83} + \frac{5{,}35 \times 68{,}80 \times 8{,}11}{68{,}80 \times 8{,}11 + 13{,}03 \times 9{,}29} = 83{,}97.$$

$$x_2 = \frac{13{,}03 \times 94{,}65}{81{,}83} + \frac{5{,}35 \times 13{,}03 \times 9{,}29}{68{,}80 \times 8{,}11 + 13{,}03 \times 9{,}29} = 16{,}03.$$

Así el tejido se puede considerar formado por:

Algodón.	83,97 por 100
Seda	16,03 » »

3. Tejido mixto de lana y seda natural.

a) Determinación de la humedad: Como en la pág. 627.

b) Determinación de la lana: Como en 1 *c*.

c) Determinación de la seda: Como en 2 *c*.

d) Apresto, color y pérdidas: Se obtienen por diferencia de $100 - (H + f_1 + f_2)$.

EJEMPLO: Véase el caso precedente n. 2. Para la asignación de la humedad a la lana se debe usar el coeficiente 12,36.

4. Tejido mixto de algodón, lana y seda natural.

a) Determinación de la humedad: Como en la página 627.

b) Determinación del algodón: Como en 1 *b* (2).

c) Determinación de la lana: Como en 1 *c*.

d) Determinación de la seda: Como en 2 *c*.

e) Apresto, color y pérdidas: Obtiénense por diferencia de $100 - (H + f_1 + f_2 + f_3)$.

EJEMPLO:

a) 4,852 gr de tejido pierden 0,408 gr a 100°-105°. Humedad = 8,41 por 100.

b) 5,024 gr de tejido, por el tratamiento con potasa, dejan 0,797 gr de algodón. Algodón = 15,86 por 100.

c) 4,808 gr de tejido, tratados con ácido sulfúrico, dejan 2,056 gr de lana. Lana = 42,76 por 100.

d) 5,260 gr de tejido, por el tratamiento descrito en el n. 2 *c*, dejan 0,608 gr de seda ($P - P_1$). Seda = 11,56 por 100.

De donde resulta que la composición del tejido es:

a)	Humedad (H)	8,41	por 100
b)	Algodón (f_1)	15,86	» »
c)	Lana (f_2)	42,76	» »
d)	Seda (f_3)	11,56	» »
e)	Apresto, color, pérdida (A)	21,41	» »
		100,00	

(1) Si se trata de seda cargada negra se usará el coeficiente 13,64; si de seda cargada blanca o de color, el coeficiente 9,69.

(2) Véase nota 1 de la página 641.

Si se desea distribuir el apresto y el color entre las diversas fibras y asignarles la humedad correspondiente, se podrán aplicar directamente las fórmulas generales VI, donde x_1 representará el algodón, x_2 la lana y x_3 la seda por ciento. Esta última se puede calcular también por diferencia, restando de 100 la suma de las otras dos fibras aprestadas y húmedas.

Aplicando las fórmulas tendremos:

$$x_1 = \frac{15,86 \times 91,59}{70,18} + \frac{8,41 \times 15,86 \times 8,11}{15,86 \times 8,11 + 42,76 \times 12,36 + 11,56 \times 9,29} = 21,11$$

$$x_2 = \frac{42,76 \times 91,59}{70,18} + \frac{8,41 \times 42,76 \times 12,36}{15,86 \times 8,11 + 42,76 \times 12,36 + 11,56 \times 9,29} = 61,62$$

$$x_3 = \frac{11,56 \times 91,59}{70,18} + \frac{8,41 \times 11,56 \times 9,29}{15,86 \times 8,11 + 42,76 \times 12,36 + 11,56 \times 9,29} = 16,27$$

5. Tejido mixto de algodón y seda artificial a base de celulosa (1).

a) Determinación de la humedad: Como en la página 627.

b) Determinación del algodón y de la seda artificial.—Se procede como en 2 *c* procurando prolongar la inmersión en el cloruro de zinc hasta un minuto y medio; el peso P que se obtiene representa la cantidad de algodón contenida en el pedazo de tejido en examen y la diferencia $P - P'$ indica la cantidad de seda artificial contenida en el mismo pedazo de tejido.

c) Apresto, color y pérdidas. Obtiénese por diferencia de $100 - (H + f_1 + f_2)$.

Para la distribución del apresto, color y humedad entre las diversas fibras se aplicarán las fórmulas de costumbre, como se ha hecho en los ejemplos precedentes, introduciendo para la seda artificial de nitrocelulosa y de viscosa el coeficiente de humedad normal 11 y para el de la celulosa el coeficiente 9,50 (2).

6. Tejido mixto de lana y seda artificial a base de celulosa.

a) Determinación de la humedad: Como en la pág. 627.

b) Determinación de la lana: Como en 1 *c*.

c) Determinacion de la seda artificial: Como en 1 *b*.

d) Apresto, color y pérdidas. Obtiénense por diferencia de $100 - (H + f_1 + f_2)$.

7. Tejido mixto de algodón, lana y seda artificial a base de celulosa.

a) Determinación de la humedad: Como en la pág. 627.

b) Determinación del algodón: Un pedazo de tejido de peso $p = 3$-5 gr se hace hervir por $^1/_4$ de hora con 100 cm³ de carbonato sódico. Se lava perfectamente en agua corriente. Sumérgese en

(1) La seda artificial en los tejidos mixtos se determina generalmente por deshilachado.

(2) Dr. K. Süvern: *Die Künstliche Seide*, pág. 583, Berlín 1912; Hassack: *Oesterreichische Chemiker Zeitung*, 1900, pág. 268.

100 cm³ de solución de potasa hirviente en un vaso de vidrio, pásase al baño maría hirviente y se deja en él por 20 minutos. Se lava bien con agua corriente, se hace hervir por ¼ de hora con 100 cm³ de agua destilada. Se inmerge por 1 minuto y medio en 100 cm³ de cloruro de zinc hirviente; se lava con agua ligeramente acidulada, después con agua pura, alcohol y éter, se seca a 100°-105° y se pesa.

Así se tiene un peso *c* que representa el algodón contenido en el peso *p* del tejido empleado, y por lo tanto el algodón f_1 por ciento será:

$$f_1 = \frac{c \times 100}{p}.$$

c) Determinación de la lana: Como en 1 *c*.

d) Determinación de la seda artificial: Como en 2 *c*, teniendo el cuidado de prolongar la inmersión en el cloruro de zinc hasta un minuto y medio.

e) Apresto, color y pérdidas. Obtiénense por diferencia de $100 - (H + f_1 + f_2 + f_3)$.

8. Tejidos mixtos que contengan seda natural y seda artificial de celulosa, de nitrocelulosa o de viscosa.

Para determinar aparte la seda natural y la artificial en los tejidos mixtos que las contienen ambas, se saca partido de la propiedad que tienen la solución de potasa cáustica al 10 por 100 y el líquido de Löwe, en las condiciones experimentales precedentemente indicadas, de disolver la seda natural y dejar sin disolver la artificial.

A. Tejido mixto de algodón, lana, seda natural y seda artificial de celulosa, de nitrocelulosa o de viscosa.

a) Determinación de la humedad: Como en la pág. 627.

b) Determinación del algodón: Como en 7 *b*.

c) Determinación de la lana: Como en 1 *c*.

d) Determinación de la seda natural. Con el líquido de Löwe como en 2 *c*.

e) Determinación de la seda artificial. Determínanse a la vez, como en 2 *c*, la seda natural y la artificial, teniendo el cuidado de prolongar la inmersión en el cloruro de zinc hasta 1 minuto y medio y en el caso de existir seda silvestre hasta 2-3 minutos. Restando de la cantidad de seda natural y artificial determinadas de este modo, la de la seda natural determinada con el líquido de Löwe, se obtiene la cantidad de seda artificial existente en el pedazo de tejido en examen.

f) Apresto, color y pérdidas. Obtiénense por diferencia de $100 - (H + f_1 + f_2 + f_3 + f_4)$.

B. En el caso de otros grupos de tejidos mixtos que contengan seda natural y artificial se procede de modo análogo, teniendo presente también cuanto se ha indicado en los precedentes números.

6. Determinación cuantitativa de una sola fibra en un tejido.—

Aun cuando sea muy útil determinar todas las fibras que componen un tejido, no obstante en algunos casos (por ejemplo, cuando se disponga de una pequeña cantidad de tela) se puede limitar la determinación a una sola fibra, en los tejidos compuestos de dos fibras; o a dos fibras, en los tejidos compuestos de tres materias textiles. En estos casos es preciso determinar directamente, además de la humedad, también el apresto y el color, de los cuales se asigna después una parte proporcional a la fibra determinada. Los resultados no presentan la misma precisión que los que se obtendrían siguiendo los métodos precedentemente descritos, pero en algunos casos son suficientes.

La humedad se determina como en la pág. 627.

El apresto y el color se determinan del modo ya descrito en la página 632. En los tejidos poco aprestados se puede omitir el tratamiento con ácido clorhídrico al 3 por 100, limitándose al tratamiento con carbonato sódico al 1 por 1000. El tratamiento con ácido clorhídrico se debe siempre omitir en los tejidos mixtos con seda.

Si se desea practicar el método abreviado se siguen además las siguientes reglas: en los tejidos de algodón y lana se determina con preferencia el algodón, como en el caso 1 *b*, y se calcula la lana por diferencia. En los tejidos de algodón y seda o de lana y seda, se determina con preferencia la seda, del modo descrito en el caso 2 *c*, y se calcula la otra materia textil por diferencia. En los tejidos de algodón, lana y seda natural se determina con preferencia la seda (2 *c*) y el algodón (1 *b*) y se calcula la lana por diferencia.

Aun teniendo a disposición un solo pedazo de tejido (del peso de unos 5 gr) se pueden hacer sucesivamente sobre él las diversas determinaciones, a saber: 1.°, la humedad; 2.°, el apresto y el color; 3.°, el algodón (si se trata de algodón y lana), o bien la seda (si se trata de algodón y seda o de lana y seda), o bien la seda y el algodón (en los tejidos de algodón, lana y seda).

EJEMPLOS:

I. Tejido de algodón y lana.

a) 4,500 gr de tejido, desecados a 100°-105°, pierden 0,460 gr. Humedad = 10,22 por 100.

b) El tejido que ha quedado de la operación precedente, por el tratamiento con carbonato sódico, etc., pierde 0,212 gr. Apresto y color = 4,71 por 100.

c) El tejido que queda del tratamiento *b*, por el tratamiento con potasa, deja 2,428 gr de algodón. Algodón = 53,95 por 100.

d) La lana se obtiene por diferencia 100 − (10,22 + 4,71 + 53,95) = 31,12.

De donde resulta que el tejido está compuesto de:

a)	Humedad (*H*)	10,22 por 100
b)	Apresto y color (*A*)	4,71 »
c)	Algodón (f_1)	53,95 »
d)	Lana (f_2)	31,12 »
		100,00

Ahora aplicando las fórmulas usuales V como en los ejemplos precedentes, se tendrá:

$$x_1 = \frac{53{,}95 \times 89{,}78}{85{,}07} + \frac{10{,}22 \times 53{,}95 \times 8{,}11}{53{,}95 \times 8{,}11 + 31{,}12 \times 12{,}36} = 62{,}37$$

$$x_2 = \frac{31{,}12 \times 89{,}78}{85{,}07} + \frac{10{,}22 \times 31{,}12 \times 12{,}36}{53{,}95 \times 8{,}11 + 31{,}12 \times 12{,}36} = 37{,}63$$

y de aquí que el tejido analizado contiene:

algodón. . . . . = 62,37 por 100
lana . . . . . = 37,63 »

II. Tejido de algodón, lana y seda.

a) 5,240 gr de tejido, desecados a 100°-105°, pierden 0,422 gr. Humedad = 8,05 por 100.

b) El tejido restante de la operación precedente, por el tratamiento con carbonato sódico, etc., pierde 0,538 gr. Apresto y color = 10,27 por 100.

c) El tejido que queda del tratamiento anterior, inmergido en el cloruro de zinc, pierde 0,600 gr. Seda = 11,45 por 100.

d) El tejido que queda del tratamiento precedente se introduce en potasa, y deja 1,200 gr de algodón. Algodón = 22,90 por 100.

e) La lana se obtiene por diferencia de 100 — (8,05 + 10,27 + 11,45 + + 22,90) = 47,33.

a)	Humedad (H)	8,05 por 100
b)	Apresto y color (A)	10,27 »
c)	Seda (f_3)	11,45 »
d)	Algodón (f_1)	22,90 »
e)	Lana (f_2)	47,33 »
		100,00

De estos valores, aplicando las fórmulas generales VI, como en el ejemplo del caso 4 (pág. 642), y llamando x_1 el tanto por ciento de algodón, x_2 el de la lana y x_3 el de la seda, se tiene:

$$x_1 = \frac{22{,}90 \times 91{,}95}{81{,}68} + \frac{8{,}05 \times 22{,}90 \times 8{,}11}{22{,}90 \times 8{,}11 + 47{,}33 \times 12{,}36 + 11{,}45 \times 9{,}29} = 27{,}48$$

$$x_2 = \frac{47{,}33 \times 91{,}95}{81{,}68} + \frac{8{,}05 \times 47{,}33 \times 12{,}36}{22{,}90 \times 8{,}11 + 47{,}33 \times 12{,}36 + 11{,}45 \times 9{,}29} = 58{,}65$$

$$x_3 = \frac{11{,}45 \times 91{,}95}{81{,}68} + \frac{8{,}05 \times 11{,}45 \times 9{,}29}{25{,}90 \times 8{,}11 + 47{,}33 \times 12{,}36 + 11{,}45 \times 9{,}29} = 13{,}87$$

De aquí que el tejido analizado contiene:
Algodón = 27,48 por 100 Lana = 58,65 por 100 Seda = 13,87 por 100.

7. Investigación de la naturaleza del tinte.—La investigación de la naturaleza del tinte de las fibras puede hacerse según el método de A. G. Green (1). Este método se funda:

---

(1) A. G. Green, H. Yeoman, J. R. Jones, F. G. C. Stephens, G. A. Haley, *Journal of the Soc. of Dyers and Colourists*, vol. XXI, 1905, págs. 236 y siguientes; vol. XXIII, 1907, págs. 252 y siguientes; y A. G. Green, *The Analysis of Dyestuffs*, 1916, págs. 55 y siguientes.

a) En ensayos de extracción del color, por los cuales se reconoce a qué grupo éste corresponde según sus propiedades tintóreas (colores básicos, ácidos, salinos o directos o substantivos, sobre mordiente, tina, etc.).

Téngase presente a este respecto que en algunos de estos ensayos de extracción sobre algodón, lino, lana, pelos, crines, etc., naturalmente colorados y brutos, es extraída una cantidad apreciable de substancia colorante amarillo-obscura; y que las sedas brutas naturalmente coloradas en amarillo y en verde presentan especiales comportamientos al someterlas a algunos de estos ensayos, como también al tratarlas con ácidos concentrados (1).

b) En ensayos de reducción (con hidrosulfito sódico) o de reoxidación (al aire o con persulfato potásico), por los cuales se reconoce a qué grupo pertenece el color según su composición química o según su cromóforo, como está indicado en el siguiente esquema:

La fibra es decolorada por el hidrosulfito			El color de la fibra no es decolorado por el hidrosulfito	La fibra no es decolorada por el hidrosulfito, pero cambia el tono del tinte; el color primitivo reaparece al aire o con persulfato.
El color reaparece al aire	El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato	El color no reaparece al aire ni con persulfato		
Grupo de las acinas, oxacinas, tiacinas y de los indigoides.	Grupo del trifenilmetano.	Nitro-, nitroso- y azocolores.	Grupos de la pirona, acridina, quinolina, tiazol. Algunos colores del antraceno.	Muchos colores del grupo del antraceno.

En algunos casos se lleva a cabo una ulterior subdivisión en grupos a base de otras reacciones (por ejemplo con ácido sulfúrico o clorhídrico de fuerte concentración o con sosa cáustica).

Para los siguientes tintes: amarillo y anaranjado, rojo, púrpura y violeta, azul, verde, pardo, negro y gris, los respectivos grupos de colorantes están distribuídos en forma de tablas (V. págs. 655 y siguientes). En ciertos casos la investigación debe también hacerse en las tablas relativas a colores de tinte análogo al de la muestra o en las relativas a colores que mezclados puedan formar el color de la muestra en examen.

Para cada grupo o subgrupo se indican solamente algunos de los colores típicos que a él corresponden.

Establecido el grupo, si se quiere identificar también el color, se buscará entre los pertenecientes al grupo en cuestión y susceptibles

(1) A. CAPPELLI: Sul comportamento all'analisi tintoriali delle fibre animali e vegetale naturalmente colorate. *Ann. Labor. Chim. centrale Gabelle*, volumen VII, pág. 213.

de dar tonos de tinte del tipo del de la muestra en examen, mediante reacciones características (1).

Como confirmación de los resultados obtenidos convendrá parangonar el tejido en examen, por lo que respecta al matiz y las reacciones, con una muestra teñida con las materias colorantes y del modo resultantes de las investigaciones analíticas efectuadas.

El método de Green comprende dos series de tablas, una para los colorantes fijados sobre lana y la otra para los fijados sobre algodón. La primera serie de tablas puede servir también para la investigación de los colores fijados sobre seda; la segunda serie también para los colores fijados sobre las demás principales fibras vegetales; salvo en ambos casos pequeñas variaciones para algunos grupos de colorantes.

a) RECONOCIMIENTO DE LOS COLORES FIJADOS SOBRE LANA.

Reactivos. Los reactivos necesarios para la investigación de la naturaleza del tinte sobre lana son los siguientes:

1. Acido acético 5 por 100 (5 cm^3 de ácido acético glacial y 95 cm^3 de agua).
2. Amoníaco 1 por 100 (1 cm^3 de amoníaco de peso específico 0,884 en 100 cm^3 de agua).
3. Amoníaco hidroalcohólico 1 por 100 (1 cm^3 de amoníaco de peso específico 0,884; 50 cm^3 de alcohol de 95°; y 50 cm^3 de agua).
4. Alcohol diluído 1 : 1 (mezcla en volúmenes iguales de alcohol de 95° y de agua).
5. Acido clorhídrico diluído 1 : 10 (10 cm^3 de ácido clorhídrico de peso específico 1,152, es decir aproximadamente al 30 por 100, en 100 cm^3 de agua).
6. Solución acuosa al 10 por 100 de hidrato sódico.
7. Solución acuosa al 5 por 100 de acetato sódico cristalizado.
8. Solución acuosa saturada en frío de persulfato potásico, o bien solución acuosa al 1 por 100 de persulfato de amonio (2).
9. Hidrosulfito B: 50 gr de hidrosulfito NF concentrado o de hiraldita C extra, o de rongalita C, disueltos en 500 cm^3 de agua, acidificando luego con 2 cm^3 de ácido acético.
10. Hidrosulfito AX: se disuelven 50 gr de hidrosulfito NF concentrado, o de rongalita C, en 150 cm^3 de agua caliente, se agrega a la solución calentada a 80° ó 90° C, 0,25 gr de antraquinona precipitada (no sublimada) reducida precedentemente a pasta fina mediante un poco de la misma solución y se diluye todo a 500 cm^3 con agua fría. Este reactivo debe presentar siempre una reacción ligeramente alcalina al papel de tornasol; con el tiempo se vuelve ácido.

---

(1) Véase nota 1 de la pág. 589.

(2) Si las soluciones de persulfato son alcalinas, se deben neutralizar cuidadosamente con un ácido diluído.

Modo de operar.—Ante todo se debe tratar la muestra en examen con agua fría y en seguida con agua hirviente a fin de asegurarse de que no contiene parte de colorante no fijado o substancias del apresto, que en el caso afirmativo, se deben expulsar antes de iniciar la investigación sistemática. Conviene también proceder en seguida al siguiente ensayo preliminar para los mordientes metálicos: Un pedacito de la muestra se quema a la llama; si quedan cenizas se observan el color y la acción que sobre ellas ejerce el calor; en presencia de mordiente de aluminio las cenizas se presentan blancas y si se calientan se ponen candentes; si se trata de mordiente de estaño se obtienen cenizas blancas que al calentarlas se ponen candentes y amarillentas; en presencia de mordiente de cromo las cenizas son de color verdoso; en presencia de mordiente de hierro las cenizas son de color pardo-rojizo.

Conviene, no obstante, tener presente que en algunos casos las cenizas no dependen del género de tintura sufrido por la muestra en examen: así, por ejemplo, la presencia de cromo o de hierro puede ser a veces debida a la lana mecánica empleada en la fabricación de un paño de lana; como también la presencia de estaño en las cenizas de un tejido de seda puede depender de la carga de ésta.

Procédese luego al examen de la muestra del modo y en el orden expuestos en las tablas de la pág. 656 y siguientes, teniendo presente cuanto sigue:

1. Las reacciones se hacen en tubos de ensayo o mejor en capsulitas de porcelana empleando de ordinario pedazos de tejido de unos 2-3 cm^2 y cubriéndolos con el reactivo.

Si el tejido en examen está compuesto de hilados de colores y de naturaleza diferentes entre sí, cada uno de estos tipos debe ser examinado aparte.

Exceptuado el caso en que esté expresamente indicado el que se opere diversamente, cada ensayo sucesivo debe hacerse sobre un nuevo pedazo de la muestra en examen.

Para decidir si a merced de un tratamiento dado fué extraído mucho color, no se debe fundar exclusivamente en la coloración adquirida por el reactivo empleado, sino que es necesario comparar también el color del tejido que ha sufrido el tratamiento con el de la muestra original.

2. En los ensayos con ácido acético o con amoníaco diluídos se debe repetir por segunda vez la extracción sobre el mismo pedazo de tejido, ya con objeto de completar la extracción, ya porque sucede a veces que en la primera ebullición con amoníaco diluído, algunos colores ácidos tiñen el algodón blanco, mientras en la segunda ebullición desaparece la coloración adquirida por el algodón en el primer tratamiento. Cuando está prescrito que se haga hervir en presencia de algodón blanco, se emplea un pedacito de algodón blanco merce-

rizado (aproximadamente un tercio del tamaño del tejido empleado). Si el color del tejido en examen es poco intenso, se aumenta la cantidad de la muestra en examen y se disminuye la del algodón.

A veces para volver ciertos colores ácidos más sólidos a la luz se emplean en la tintura sales de cobre; en estos casos conviene, antes de proceder a la investigación del color, expulsar el cobre de la muestra en examen haciéndola hervir con una solución de ácido oxálico.

3. En el ensayo con acetato sódico el algodón queda teñido al cabo de un minuto aproximadamente en el caso de colores salinos y al cabo de dos minutos aproximadamente en el caso de colores sobre mordientes salinos.

Por lo que respecta a los colores ácidos y salinos, se encuentra a veces cierta dificultad en decidir si la tintura se efectuó con unos o con otros, debido a que algunos colores salinos, como por ejemplo los colores sulfónicos, tiñen muy poco el algodón blanco, aun hervidos largo tiempo con amoníaco al 1 por 100 o con acetato sódico al 5 por 100, mientras algunos raros colores ácidos (como el rojo sólido A y el rojo para lana B) tiñen el algodón blanco en la prueba de ebullición con amoníaco al 1 por 100. Además la facilidad de expulsar los colores ácidos por medio del amoníaco al 1 por 100 es muy variable, pues mientras los unos son fácil y abundantemente eliminados, otros en cambio, como por ejemplo ciertos tipos de azules patentados, son eliminados con dificultad.

4. Para los ensayos de reducción se hace hervir con hidrosulfito un pedazo de la muestra en examen durante un cuarto de minuto a un minuto aproximadamente, se lava bien al chorro del agua, se exprime y se deja sobre un papel blanco. La reoxidación al aire suele ocurrir casi súbitamente; a veces se verifica lentamente y en estos casos se puede acelerar mediante exposición a los vapores de amoníaco. Si el color no ha reaparecido al cabo de una hora, se ensaya con persulfato. A tal fin se hierve con agua el pedazo de muestra decolorado y se agrega el persulfato gota a gota, evitando un exceso. El color reaparece a veces con la intensidad primitiva, a veces más débil a causa de la menor o mayor solubilidad de los leucoderivados; en el caso de la safranina y de sus derivados azoicos reaparece en violeta por la combinación de la leucosafranina con el formaldehido del reactivo.

5. El ensayo para los colorantes indigoides se verifica del siguiente modo: Un pedazo de muestra se hace hervir por uno o dos minutos con anilina recién destilada; si el líquido queda teñido se hace evaporar con cuidado hasta sequedad. El residuo seco que así se obtiene, una vez expulsada toda la anilina, se calienta con cuidado mediante una llama pequeña: la presencia de un colorante indigoide viene indicada por la producción de vapores colorados. Para distinguir entre sí los colorantes de la clase de los indigoides, como por

ejemplo el índigo y el azul ciba, Holden (1) recomienda basarse en el color del extracto clorofórmico.

6. - Como ensayo de confirmación para los colores del trifenilmetano téngase presente que muchos de ellos se vuelven amarillo-pálidos o pardo-amarillentos tratando la fibra con ácido sulfúrico concentrado.

7. Para la investigación de los principales mordientes se puede seguir el método siguiente: Se incinera en cápsula de platino un pedazo de la muestra de unos diez gramos de peso y se disgregan las cenizas con cinco veces aproximadamente su peso de carbonato sódico potásico seco y una pequeña cantidad de nitrato potásico.

Una coloración amarilla de la masa fundida indica presencia de cromo. La masa fundida se trata en la cápsula de platino con agua y se agrega por pequeñas porciones ácido acético hasta reacción ácida. Sobre una pequeña porción de la solución acética se podrá confirmar la presencia del cromo con acetato de plomo. La solución acética y la parte de la masa que puede haber quedado sin disolver, se pasan a una cápsula de porcelana; se concentra a la llama directa hasta pequeño volumen, y luego hasta sequedad al baño maría. El residuo se trata con la cantidad necesaria de ácido clorhídrico, se concentra y se evapora a sequedad del modo descrito. El residuo se calienta en estufa a 110°, se trata luego con agua y ácido clorhídrico y se filtra. En el filtrado se buscan el estaño y el cobre con ácido sulfhídrico.

Separados por filtración los sulfuros que pueden haberse formado, se hace hervir el líquido filtrado para expulsar el ácido sulfhídrico, se oxida con algunas gotas de ácido nítrico concentrado y luego se trata con cloruro amónico y amoníaco, calentando a la ebullición. Se filtra, se lava con cuidado el precipitado con agua caliente y luego se disuelve en ácido nítrico diluído. A la solución nítrica se agrega un exceso de hidrato sódico, se hierve por algunos minutos y una vez frío se filtra. Quedarán retenidos por el filtro, si existen, los hidratos de hierro y de cromo, y en el filtrado se tendrá el aluminio en forma de aluminato sódico. Agregando al líquido filtrado cloruro amónico, y calentándolo hasta ebullición, si la muestra en examen había sido teñida sobre mordiente de aluminio, se obtendrá un precipitado abundante de hidrato de aluminio en forma de copos blancos gelatinosos.

A propósito de la investigación de los mordientes, conviene tener presente lo que sigue:

a) El color de las cenizas de la muestra en examen y su aspecto pueden a veces ser elementos importantes para decidir si se trata de un producto teñido sobre mordiente. Se tendrán cenizas de color blanco en el caso de mordentado con sales de aluminio o de estaño, o verdoso si el

(1) *Journal of the Soc. of Dyers and Colourists*, 1909, pág. 47.

BIBLIOTECA PROVINCIAL

tinte se obtuvo sobre mordiente de cromo, o rojo ladrillo si el mordentado se llevó a cabo con sales de hierro; y en todo caso, si se trata de producto teñido sobre mordiente, las cenizas presentarán un aspecto pesado.

b) En el caso de productos para cuya fabricación se empleó lana mecánica, se podrán obtener cenizas diversamente teñidas según los mordientes usados en la tintura de las materias primeras de que se obtuvo la lana mecánica.

c) En la lana existen naturalmente pequeñas cantidades de hierro y de aluminio, y por lo tanto analizando cuidadosamente del modo señalado las cenizas de una muestra de lana, se hallarán esas pequeñas cantidades de hierro y de aluminio en forma de hidratos. Los productos de lana teñidos con mordiente de hierro y de aluminio dan, en confrontación con los de lana no teñida de tal modo, cenizas más abundantes, más pesadas, de color pardo-rojizo en el caso de mordentado con sales de hierro, y los precipitados de los correspondientes hidratos que se obtienen son notables y abundantes.

d) En el caso de productos mordentados mediante empleo de sales de estaño puede suceder que a consecuencia de la disgregación de las cenizas, la cápsula de platino quede algo atacada. Para obviar este inconveniente, se podrá, si se desea, seguir el método indicado en la nota (1), el cual, sin embargo, requiere casi un gramo de cenizas y mucho tiempo.

e) En la tintura de algunos productos de lana se emplean a veces cantidades muy pequeñas de sales de cobre, y en estos casos la identificación del cobre en las cenizas podrá presentar cierta dificultad.

f) Solamente el análisis de las cenizas puede en ciertos casos dar razón de si el color de una muestra determinada en examen es natural o artificial y en este último caso puede indicar también de qué modo fué obtenida la tintura. Esto se verifica, por ejemplo, en el caso de pelos teñidos a base de sulfuro de plomo o de bismuto.

8. El reconocimiento de los colorantes que constituyen las mezclas empleadas para obtener un tipo dado de tinte es de ordina-

---

(1) En el caso de productos teñidos, para cuyo mordentado se sospecha que se hayan empleado sales de estaño, se podrá proceder del siguiente modo: Inciníranse unos 40 gr del producto en examen, se recogen las cenizas en un matraz cónico, se deslíen en agua, se agrega polvo de zinc en volumen igual aproximadamente a la mitad del de las cenizas y algunas gotas de ácido sulfúrico diluído. Se agita y se calienta al baño maría, agregando de vez en cuando algunas gotas de ácido sulfúrico y agitando hasta que todo el zinc quede disuelto. En estas condiciones el estaño pasa al estado metálico. Se filtra, se lava la parte insoluble, sobre el filtro, con agua caliente, conservando el líquido filtrado, comprendida el agua de loción (a). La parte insoluble se recoge en un tubo de ensayo y se trata con ácido clorhídrico concentrado, y una vez terminada toda reacción, se decanta el líquido, se filtra si es necesario, y el residuo se lava cuidadosamente sobre el filtro, primero con agua acidulada con ácido clorhídrico y después con agua destilada. Se conservan la solución clorhídrica junto con las aguas de loción (b). El residuo del tratamiento con ácido clorhídrico concentrado, si existe en cantidad apreciable, se pone a una cápsula de platino, se deseca al baño maría y luego se disgrega con carbonato sódico-potásico. La masa disgregada se trata con agua y ácido acético diluído; se evapora a sequedad al baño maría y se trata con ácido clorhídrico diluído. Reúnese esta última solución clorhídrica con los líquidos a y b, se evapora a sequedad al baño maría en cápsula de porcelana y el residuo se mantiene por algún tiempo a 110° C. Luego se trata con ácido clorhídrico diluído y se procede del modo antes indicado para la investigación del estaño y de los demás mordientes, especialmente del aluminio, cuyas sales se unen a veces a las de estaño empleadas para la tintura de productos de lana.

rio un problema complejo que varía de uno a otro caso y que solamente puede resolver quien posea un conocimiento muy exacto del método analítico y de los diversos procedimientos de tintura.

Para estas investigaciones conviene tener presente cuanto sigue:

a) Si una mezcla está constituída por colorantes (dos o más) pertenecientes al mismo grupo químico y tintóreo, se comportará como un color único. De todos modos se podrán en ciertos casos observar diferencias tales, por lo que respecta a la solubilidad y a la resistencia mayor o menor a la acción de los reactivos de los distintos componentes, que será posible caracterizarlos. Así un verde formado por un amarillo azoico ácido y un azul azoico ácido podrá ser reconocida mediante el ensayo con hidrosulfito. El azul será ordinariamente el primero en ser reducido y el matiz pasará del verde al amarillo, para decolorarse luego completamente. El color primitivo, tratándose de dos substancias colorantes azoicas, no reaparecerá ni al aire ni con persulfato. Además en el tratamiento con amoníaco, el amarillo será generalmente expulsado en primer lugar, y podrá ser fijado sobre lana blanca, e identificado sobre ella.

b) Las mezclas de colores correspondientes a grupos distintos serán en general más fáciles de descubrir. Por ejemplo, un azul marino obtenido con un azul patentado y un naranja azoico, dará, si se reduce con hidrosulfito, un azul vivo antes de decolorarse. Por subsiguiente oxidación con persulfato reaparecerá el matiz del azul patentado.

c) Si se ha empleado en la tintura una mezcla de colorantes del grupo de las acinas, oxacinas, tiacinas y del trifenilmetano, los tres primeros, después del ensayo de reducción, reaparecerán por simple exposición al aire; el último solamente cuando la oxidación se efectúe con persulfato.

d) En ciertos casos se podrá obtener la separación total o parcial de los colorantes que constituyen una mezcla por medio de extracción fraccionada con alcohol o con ácido acético diluído. Una vez separados de tal modo los distintos colores, se podrán fijar por separado sobre lana blanca o sobre seda, e identificarlos sobre éstas. Antes de hacer este transporte del colorante sobre lana o sobre seda se debe expulsar el alcohol mediante ebullición o neutralizar el ácido acético.

e) En algunos casos los colorantes constitutivos de una mezcla dada pueden ser separados mediante disolventes apropiados. Así, por ejemplo, una mezcla de un color sobre mordiente fijado mediante cromo y de un colorante ácido ordinario, se puede identificar extrayendo en aparato especial con piridina, la cual expulsa el color ácido y no el sobre mordiente, que queda casi íntegramente fijado a la fibra y puede ser identificado después. Destílase la piridina y el

color ácido que queda en el residuo se fija sobre lana y se identifica luego mediante empleo de la correspondiente tabla.

f) Para separar el índigo y los demás colores tina de los colorantes sobre mordiente y de los ácidos se puede operar como sigue: Pónese en un extractor común, enlazado a un condensador de aire de los vapores, un pedazo de la muestra en examen precedentemente desecada en la estufa, se cubre con una capa de lana y se hace de modo que el depósito de un termómetro se halle en contacto con la muestra que se extrae. La extracción se verifica con una mezcla de 100 partes de cresol (ácido cresílico comercial al 97-98 por 100) y de 30 partes de «solvent nafta» (xilol bruto) de punto de ebullición entre 125° y 140°; o bien con una mezcla de 75 partes de cresol con 25 partes de bencina pesada de petróleo con punto de ebullición entre 155° y 170°. De este modo la temperatura del líquido extractivo en contacto de la muestra en examen se mantendrá alrededor de los 100°-105° y no deberá exceder de 110°. Así se extraen los colores tina, mientras la mayor parte de los colores ácidos y sobre mordiente quedan sobre la fibra y pueden ser allí luego identificados.

g) Para separar los colores de campeche de los colorantes ácidos, sobre mordiente o tina, se hace hervir con ácido clorhídrico que expulsa de ordinario solamente el campeche dando un extracto carmesí.

El palo rojo y los demás palos de tinte se comportan de ordinario de modo semejante al campeche. También los rojos de alizarina ácidos son extraídos.

h) En el caso de «negros tina» (mezclas de índigo y campeche) se podrá expulsar el índigo solo extrayendo con la mezcla mencionada a base de cresol y con la piridina; o bien el campeche solo haciendo hervir con ácido clorhídrico diluído.

i) Si además del índigo y campeche, hay también un color negro ácido, se expulsa primero el campeche con ácido clorhídrico diluído, y luego de la muestra privada del campeche se expulsa el índigo con la mezcla mencionada a base de cresol y de esta suerte quedará sobre la fibra sólo el color ácido.

JUNTA DE INTERCAMBIO Y ADQUISICIÓN DE LIBROS Y REVISTAS

TABLAS

para el reconocimiento de los colores orgánicos artificiales sobre lana

TABLA LVI

Colorantes amarillos y

Se hace hervir dos veces por un

Cede mucho color: **Colorante básico.** Se hace hervir con hidrosulfito A X o B (1)					Cede poco o nada el color: **Colores ácidos de tina, sobre** blanco mercerizado. Se conserva el extracto amoniacal.				
					Cede mucho color, pero el algodón se conserva blanco: **Colorante ácido.** Se hace hervir con hidrosulfito AX o B (1).				
Se decolora poco o nada. Se trata la fibra con ácido sulfúrico concentrado frío				Se decolora. El color no reaparece ni al aire ni con el persulfato: *Azocolores*	No se decolora: *Grupos de la quinolina y de la pirona*	Se decolora. El color no reaparece al aire ni con el persulfato: *Azocolores* o *Nitrocolores*. Se agrega un exceso de ácido clorhídrico concentrado al extracto amoniacal			
Solución verde fluorescente: *Grupo de la acridina*	Solución incolora: *Grupo de la cetonimida y del tiazol*. Se hace hervir con ácido clorhídrico diluído (1 : 10)					Ningún cambio	La solución se decolora o queda amarilla palidísima	La solución queda roja o anaranjada	La solución queda violeta o rojo-violeta
	Fibra y solución incoloras	Fibra y solución amarillas claras	Fibra y solución anaranjadas						
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Fosfina, benzoflavina, reonina, amarillo y naranja de acridina, fosfina patentada, corifosfina, flavofosfina, aurofosfina, fosfina diamante, fosfina brillante, etc.	Auramina	Tioflavina T, amarillo de metileno H, amarillo rodulina	Anaranjado rodulina N	Crisoidina, anaranjado al tanino, amarillo janus, azofosfina, fosfina nueva, etc.	Amarillo quinolina, uranina, anaranjado de eosina, amarillo quinaldina, etc. También cúrcuma	Naranja G, 2 G, G T, R, etc. Naranja croceína, tartracina, flavacina, amarillo hidracina, amarillo y naranja luz sólido, naranja ácido sólido R H, amarillo para lana sólido, naranja sólido para lana, amarillo sólido guinea, amarillo xileno y amarillo luz, tartrafenina, amarillo kitón, amarillo supramina, etc.	Amarillo naftol S, amarillo Martius, amarillo naftilamina, amarillo naftaleno, citronina A, etc.	Amarillo sólido, amarillo indiano, azoflavina, curcumina, naranja II, amarillo brillante S, amarillo luz palatino, amarillo sólido para lana, amarillo ácido azoico, amarillo azoico, etc.	Amarillo metanilo, naranja IV, amarillo victoria, naranja M N, M N O, N, etc.

(1) La reducción con hidrosulfito B resulta en todo caso mejor que empleando el hidrosulfito más o menos notable.—Col. 6: La cúrcuma se vuelve mucho más parda por ebullición con porque en el tratamiento con hidrosulfito, antes de decolorarse presentan una coloración expulsada por el ácido acético, dando un extracto incoloro; si está sobre cromo o estaño no acetato sódico tiñen ligeramente el algodón.—Col. 17: El amarillo y el naranja sulfónicos dan sódico. Los naranjas toluilenos son reducidos por el hidrosulfito con gran dificultad.

anaranjados sobre lana

minuto con ácido acético al 5 %

mordiente o salinos. Se hace hervir dos veces por un minuto con amoníaco al 1 % en presencia de algodón

Cede poco o nada de color: **Colores tina sobre mordiente o salinos.** Se hace hervir con hidrosulfito AX o B (1)								
No se decolora o cambia sólo ligeramente de tono. Investíguese el mordiente		Se decolora. El color se regenera al aire y más rápidamente por oxidación con persulfato. Hervir por dos minutos con acetato sódico al 5 % en presencia de algodón blanco		Se decolora. El color no se regenera al aire ni con persulfato: *Grupo azoico*. Reconocimiento del mordiente (cromo)				El color pasa al amarillo pardo o al pardo. *Grupo de la alizarina*. Presencia de mordiente
Presencia de mordiente: *Grupo de la flavona y de la cetona*	Ausencia de mordiente: *Colores salinos de tiazol*. Se confirma haciendo hervir con acetato sódico al 5 % en presencia de algodón blanco. El algodón queda teñido	El algodón se mantiene blanco: *Colores tina indigoides*. Confirmar mediante extracción con anilina y sublimación	El algodón queda teñido: *Colores salinos del grupo del estilbeno*	Presencia del mordiente. Hervir por dos minutos con acetato sódico al 5 % en presencia de algodón blanco		Ausencia de mordiente: *Colores salinos azoicos*. Confirmar hirviendo con acetato sódico al 5 % en presencia de algodón blanco. El algodón quedará teñido		
				El algodón se mantiene blanco: *Colores sobre mordiente ácidos*	El algodón queda teñido: *Colores sobre mordiente salinos*			
11	12	13	14	15	16	17		18
Fustete, corteza de quercitrón, gualda, flavina, amarillo de alizarina A y C, galoflavina, etc.	Tioflavina S, amarillo sólido diamina B, FF, M, solfina, primulina, amarillo cloramina, amarillo puro brillante, amarillo sólido clorazol, amarillo tiazol, amarillo clayton, clorofenina, amarillo puro dianilo H S, amarillo puro naftamina G, amarillo sólido difenilo, amarillo sólido tiazol, amarillo columbia, amarillo oxidianilo, amarillo oxidiamina, amarillo mimosa, etc.	Amarillo y naranja helindona, amarillo y naranja ciba, amarillo índigo ciba 3 G, amarillo y naranja tioíndigo, etc.	Curcumina S, amarillo Mikado, amarillo y naranja oro, amarillo directo, amarillo estilbeno, amarillo sólido diamina A, A R, naranja diamina D, amarillo directo dianilo S, naranja cloramina, amarillo naftamina, crisofenina difenilo, citronina difenilo, amarillo sol, amarillo polar, amarillo polifenol, etc.	Amarillo alizarina ácido, amarillo eriocromo, fosfina eriocromo, amarillo alizarina G, 2 G, 3 G, R, flavazol, flavina diamante, amarillo antraceno, amarillo alizadina, amarillo sólido cromo, amarillo sobre mordiente sólido, amarillo salicina D, amarillo diamante, amarillo cromo, naranja cromo, etc.	Naranja autocromo, amarillo mercerol 2 R, naranja mercerol 2 R, naranja salicina G, amarillo salicina G, amarillo metacromo, etc.	Crisofenina, crisamina, amarillo sólido diamina 3 G, amarillo diamina N, amarillo y naranja sólido benzo, naranja congo, amarillo algodón, amarillocarbazol, naranja pluto, amarillo cresotina, naranja piramina, amarillo y naranja tolutileno, naranja T A, amarillo de Hesse, naranja dianilo, amarillo tiazol G, amarillo y naranja sulfónico, etc.		Rojo de alizarina S, etc., sobre estaño, naranja de alizarina S W sobre cromo, aluminio, estaño.

A X.—Col. 1: El extracto acético de los colores de acridina presenta una fluorescencia verde amoníaco diluído o con acetato sódico.—Col. 8: Los nitrocolores se distinguen de los azocolores naranja-rojiza (compuesto nitroamídico). — Col. 11: La gualda sobre aluminio es en parte es extraída.—Col 15: Los amarillos de alizarina R y R W en el tratamiento a la ebullición con sobre algodón solamente un ligero tinte, después de la ebullición por 2 minutos con acetatc

TABLA LVII

Colorantes rojos

Se hace hervir dos veces por un minuto con alcohol dil. (1 : 1)

Cede mucho color: **Colorantes básicos o palos rojos solubles.** Se hace hervir dos veces por un minuto con alcohol dil. (1 : 1)					Cede poco o nada de color: **Colores ácidos, tina, sobre** algodón blanco mercerizado (Consérvese el extracto					
Cede mucho color: **Colorante básico.** Se hace hervir con hidrosulfito A X				Ningún cambio. Presencia de *Al* o *Cr* en las cenizas. Por ebullición con amoníaco dil. el color vira al azul: *Palos rojos solubles*	Cede mucho color, pero el algodón queda blanco: **Colorante ácido.** Se hace hervir con hidrosulfito A X				
Ningún cambio: *Grupo de la pirona*	Se decolora. El color reaparece al aire. Tratado otro pedazo de la muestra con ácido sulfúrico concentrado frío		Se decolora. El color no reaparece al aire pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano*	Se decolora. El color no reaparece al aire ni con persulfato: *Azocolores*	El color no cambia: *Grupo de la pirona*. Acidificando el extracto amoniacal la fluorescencia persiste	Se decolora. El color reaparece al aire: *Grupo de la acina*	Se decolora. El color no reaparece al aire pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano*	Se decolora. El color no reaparece ni al aire ni con persulfato: *Azocolores*. Se hace hervir con bicromato potásico diluído:		El color pasa al amarillo vivo, reapareciendo luego al aire el color primitivo lentamente: *Grupo de la antraquinona*
	Fibra y solución verdes: *Grupo de la acina*	Fibra y solución violetas						El color no cambia	El color pasa a marrón obscuro o a violeta azul	
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Rodaminas, irisamina, anisolina, rosaceína, rosa indulina, etc.	Safranina, escarlata de indulina, rojo rodulina, rojo diacina, rojo rodulina brillante, violeta rodulina, brillante R, safranina brillante, etc.	Orchilla, cudbear o persio	Magenta, fucsina, magenta diamante, cereza, etc.	Rojo janus	Palo del Brasil, de Lima, peachwood (Caesalpina echinata), palo de sapan, etc.	Una eosina ácida o rodamina ácida, por ejemplo: Eosina ácida sólida, floxina ácida sólida, rodamina ácida, rosamina ácida, rojo xileno, rojo kitón brillante, sulfo-rosaceína, etc.	Rosindulina, azocarmín	Magenta ácida, fucsina ácida, rojo ácido sólido A	Escarlata palatino, punzó xilidina, escarlata victoria, lanafucsina, rojo sorbina, rojo ácido Biebrich, escarlata cristal, rojo sólido, escarlata croceína, escarlata Biebrich, rojos para lana y para paño, escarlata para lana, rojo acetilo, rojo naftol-amido, eriocarmín, eriorubina, rojo ácido azoico, rojo sólido Guinea, cochinilla ácida sólida, etc.	Cromotropo, azofucsina	Rojo rubí de alizarina

Col. 2: El escarlata de indulina da con ácido sulfúrico conc. un color rojo-claro que pasa al color primitivo sino que toma color violeta (derivado metilénico), que se vuelve rojo por viene a situarse en esta división: es reducido más lentamente que los colores al trifenilmetano el rojo para lana B tiñen el algodón a la ebullición con amoníaco diluído. El grupo de los colores ácido sulfúrico conc., obteniéndose así diversas coloraciones de ella (rojo, violeta, azul o hidrosulfito el color pasa al amarillo pálido; este color persiste al aire, mientras pasa al una fluorescencia amarilla en solución clorotórmica.—Col. 17: Muchos colores rojos sobre dificultad a ser reducidos, si están fijados sobre lana. Esto se verifica de modo especial con el rojo cromo omega B y con el rojo diamante G.

sobre lana

minuto con ácido acético al 5 %

mordiente o salinos Se hace hervir dos veces por un minuto con amoníaco diluido 1 % en presencia de amoniacal

Cede en parte el color; el color de la fibra vira al azulado. Se hace hervir con hidrosulfito A X		Cede poco o nada de color: **Colores tina, sobre mordiente o salinos.** Se hace hervir con hidrosulfito A X					
El color no cambia: *Grupo de la pirona*. El extracto amoniacal es fluorescente, y al acidificar desaparece la fluorescencia	El color pasa al amarillo. El color primitivo no reaparece al aire. Estaño en las cenizas	Se decolora. El color reaparece al aire: *Colores tina indigoides*. Confirmar mediante extracción con anilina y sublimación	Se decolora. El color no reaparece al aire pero sí con persulfato. Presencia de mordiente (*Al* o *Cr*)	Se decolora. El color no reaparece ni al aire ni con persulfato: *Azocolores*. Buscar el mordiente (Cromo)			El color pasa lentamente al naranja o al pardo anaranjado. El color primitivo reaparece con el persulfato. Presencia de mordiente: *Grupo de la alizarina*
				Presencia de mordiente. Hervir por dos o tres minutos con acetato sódico al 5 % en presencia de algodón blanco		Ausencia de mordiente: *Color salino*. Confirmar mediante ebullición con acetato sódico en presencia de algodón blanco	
				El algodón se mantiene blanco: *Color sobre mordiente ácido*	El algodón se tiñe: *Color sobre mordiente salino*		
13	14	15	16	17	18	19	20
Eosina, escarlata de eosina, floxina, eritrosina, rosa bengala, etc.	Escarlata de cochinilla	Rojo, escarlata, escarlata sólido y rosa helindona, rojo y escarlata ciba, rojo tioíndigo, escarlata tioíndigo, rojo para tina, etc.	Palos rojos insolubles, por ejemplo barwood (palo sándalo africano), comwood (palo coral duro)	Rojo cromo antraceno, rojo alizarina ácido, rojo y burdeos eriocromo, rojos granate eriocromo y oxicromo, rojo diamante, rojo cromo palatino, rojo cromo omega, etc.	Rojo antraceno, rojo antraceno ácido, rojo autocromo, rojo salicina, rojo sólido cromo, etc.	Rojos, escarlatas y escarlatas sólidos: diamina, benzo, diamilo, clorazol, naftamina, etc. erica, geranina, benzopurpurina, rojo polar, etc.	Rojo de alizarina W, I W S, S, S B, P S, etc.

verde por adición de poquísima agua. La safranina por reducción y oxidación no recobra el ebullición con amoníaco.—Col. 9: El rojo ácido sólido A, aun siendo un derivado de la pirona, como se verifica también para el violeta ácido sólido de la tabla LVIII.—Col. 10: El rojo sólido A y azoicos ácidos puede ser subdividido en subgrupos a base del comportamiento de la fibra con verde).—Col. 12: El rojo-geranio de alizarina presenta un comportamiento excepcional, pues con violeta pálido por ebullición con persulfato.—Col. 15: Muchos colores rojos para tina presentan mordiente azoicos que vienen a estar comprendidos en este grupo presentan una grandísima rojo eriocromo B, con el rojo de alizarina ácido G, con el granate de alizarina ácido R, con el

TABLA LVIII

Colorantes púrpura

Se hace hervir dos veces por un minuto con alcohol diluido 1 : 1

Cede mucho color: **Color básico y palos rojos solubles.** Hervir dos veces por un minuto con alcohol diluido 1 : 1			Cede poco o nada de color: **Color ácido, tina, sobre mordiente o salino.** Hervir dos veces por un minuto con amoníaco hidroalcohólico (1 : 100) en presencia de algodón blanco					
Cede mucho color: **Color básico.** Hervir con hidrosulfito A X			Cede mucho color, pero el algodón queda blanco: **Color ácido,** hidrosulfito A X					
				Se decolora. El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato: *Grupos del trifenilmetano y de la pirona.* Hervir por un minuto con acetato sódico al 5 %				
				Cede mucho color, pero la solución queda incolora. Tratar un pedazo de la muestra primitiva con ácido sulfúrico conc. en frío		Cede poco color. Humedecer un pedazo de la muestra primitiva con ácido clorhídrico conc.		
Se decolora. El color reaparece al aire: *Grupo de la acina, oxacina, tiacina*	Se decolora. El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano*	El color no cambia. *Al* o *Cr* en las cenizas. Por ebullición con amoníaco diluido el color vira mucho más al azul	Se decolora. El color reaparece al aire: *Grupo de la acina, oxacina, tiacina*	El color de la fibra pasa al amarillo y luego al anaranjado	La fibra se vuelve pardo-rojiza	Ningún cambio	La fibra se vuelve amarillo-sucia	Se decolora. El color no reaparece al aire ni con persulfato: *Azocolores*
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Violeta neutro, violeta rodulina, heliotropo rodulina, rosolana, violeta metileno, heliotropo metileno, heliotropo al tanino, violeta iris, etc.	Violeta metilo, violeta etilo, violeta cristal, violeta bencilo, violeta brillante, etc.	Palos rojos solubles, a saber: palo del Brasil, palo de Lima, palo de Sapán, peachwood (Caesalpinia echinata), etc.	Azul sólido R, indulinas rojizas, etc.	Ciertos violetas ácidos rojizos, por ejemplo: violeta ácido 4 R S y 5 R S, violeta rojo 4 R S, etc.	Azules solubles rojizos	Colores de la pirona, por ejemplo: Violetas ácidos sólidos, violetas laminas, violeta ácido 4 R, etc.	Violetas ácidos, violeta alcalino, violeta guinea, violeta formílico, violeta Kitón, etc.	Violeta lanacil, violeta ácido azoico, indovioleta, sulfonvioleta, violeta victoria, púrpura sólida erio, violeta para lana.

Col. 1: El violeta sólido cresil 2 B se vuelve al aire azul-verdoso en vez de violeta; su extracto acético presenta una fluorescencia roja. El violeta rodulina brillante R es una rodamina y se halla en la tabla LVII. — Col. 7: Los colorantes de la pirona son reducidos más lentamente que los del trifenilmetano. La violamina 3 B se halla en la tabla LVII. — Col. 8: El violeta ácido 7 B si se humedece con ác. clorhídrico conc. pasa al verde brillante. — Col. 13: Los colores tina indigoides reaparecen al aire sólo lentamente y de ordinario a través del verde (excepto el heliotropo ciba). — Col. 14: El violeta al cromo (viejo) da extractos colorados con ácido acético dil. y con amoníaco dil., pero la fibra no queda desteñida de modo muy apreciable.

violetas sobre lana

Hervir con	Cede poco o nada de color: **Color tina, sobre mordiente o salino.** Hervir con hidrosulfito A X							
		Se decolora. El color no reaparece al aire. Investigación del mordiente			Se decolora. El color no reaparece al aire ni con persulfato: *Azocolores.* Rebusca del mordiente (*Cr*)		El color pasa al pardo-naranja o al pardo: *Grupo de la alizarina.* Presencia de mordiente. Hervir un pedazo de la muestra primitiva con ácido clorhídrico (1 : 10)	
El color se vuelve amarillo naranja; con el persulfato pasa al pardo violeta: *Grupo de la antraquinona*	El color no cambia: *Grupo de la pirona.* Presencia de mordiente de cromo	Presencia de mordiente: *Grupo de la acina, oxacina, tiacina*	Ausencia de mordiente: *Colores tina indigoides.* Confirmar mediante extracción con anilina y sublimación	Se decolora. El color no reaparece al aire, pero sí con el persulfato: *Grupo del trifenilmetano.* Presencia de mordiente de cromo	Presencia de mordiente: *Color sobre mordiente, ácido*	Ausencia de mordiente: *Color salino.* Confirmar hirviendo con acetato sódico en presencia de algodón blanco (el algodón se teñirá)	Fibra y solución anaranjadas	Fibra y solución pardo-rosadas a pardo-violetas
10	11	12	13	14	15	16	17	18
Violeta antraquinona, violeta directo alizarina, violeta cianol alizarina, irisol alizarina, etc.	Galleína	Gallocianina, ciruela, azul celestino, coreína, etc.	Violeta helindona, violeta ciba, heliotropo ciba, violeta tioíndigo, etc.	Violeta cromógeno, violeta metacromo, violeta cromo	Violeta de alizarina ácido, violeta cromo ácido, violeta eriocromo, violeta cromo palatino, violeta oxicromo	Violetas: diamina, benzo, dianilo, colombia, clorazol, naftamina, clorantina, etc.	Rojo de alizarina S, etc. sobre hierro	Burdeos de alizarina, rojo vino «clarete» de alizarina, marrón de alizarina

TABLA LIX

Colorantes azules

Se hace hervir dos veces por un minuto **sobre lana** con ácido clorhídrico al 5 %

Cede mucho color: **Colores básicos o campeche.** Hervir dos veces por un minuto con alcohol diluído 1 : 1

Cede poco o nada del color: **Colores ácidos, tina, sobre mordiente o salinos.** Hervir dos veces por un minuto con amoníaco diluído (1 : 100) en presencia de algodón blanco. (Consérvese el extracto amoniacal)

Cede mucho color, pero el algodón queda blanco: **Colores ácidos.** Hervir con hidrosulfito A X

Cede poco o nada de color: **Colores tina, sobre mordiente o salinos.** Hervir con hidrosulfito A X

Cede mucho color: **Colores básicos.** Hervir con hidrosulfito A X			El color no cambia. Presencia de *Al* o *Cr* en las cenizas. Humedeciendo la muestra con ácido clorhídrico el azul pasa al rojo ladrillo	Se decolora. El color reaparece al aire. *Grupos de la acina, oxacina, tiacina y del indigo.* También *azul de Prusia*			Se decolora. El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano*		El extracto amoniacal es azul. Tratar la muestra original con ácido sulfúrico concentrado frío		La fibra no se decolora, pero cambia de color: *Grupo de la antraquinona.* El color de la fibra reducida es		El color no cambia o pardea ligeramente. *Grupo de la antraquinona.* Investigar el mordiente (*Cr*)		Se decolora. El color reaparece al aire. Rebuscar el mordiente			Se decolora. El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano.* Investigación del mordiente		Se decolora. El color no reaparece al aire ni con persulfato: *Azocolores.* Investigación del mordiente			El color pasa al pardo y se vuelve azul por exposición al aire: *Grupo de la alizarina* Presencia de mordiente
Se decolora; el color reaparece al aire: *Grupos de la acina, oxacina, tiacina*	Se decolora; el color no reaparece al aire, pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano*	Se decolora; al aire reaparece un color violeta: *Color azoico derivado de la safranina*		El extracto amoniacal es azul. Por adición de sosa cáustica		El extracto amoniacal es incoloro. Presencia de hierro en las cenizas	Fibra y solución pardo-rojizas a pardo-naranjas	Fibra y solución incoloras a amarillo pálidas	El extracto amoniacal es incoloro, pero se vuelve azul al acidificarlo	Se decolora. El color no reaparece al aire ni con persulfato: *Azocolores*	rojo violeta; reaparece con el persulfato	amarillo vivo a pardo naranja; reaparece con el persulfato	Presencia de mordiente	Ausencia de mordiente	Fibra y solución verdes	Fibra y solución azules o violetas	Fibra y solución rojas	Solución azul que por evaporación da un residuo sublimable. *Colores tina indigoides*	Solución incolora: *Colores de la pirona*	Presencia de mordiente	Ausencia de mordiente	El algodón se mantiene blanco: *Color sobre mordiente ácido*	El algodón se tiñe: *Color sobre mordiente salino*	Ausencia de mordiente: *Color salino.* Confirmar haciendo hervir con acetato sódico al 5 % en presencia de algodón blanco. El algodón se tiñe	
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26
Azul metileno, azul nilo, azul capri, azul cresil, azul de Meldola, azul metileno nuevo, azul difeno, etc.	Azul noche, azul victoria, setocianina, setoglaucina, azul turquesa, etc.	Azul janus, azul diacina, azul indofina, azul obscuro janus, naftindona, etc.	Azul campeche	Extracto de índigo, carmín de índigo	Tiocarmín, azul sólido, indulina, cianina ácida, azul fluorescente, azul lazulina, etc.	Azul de Prusia	Azul para lana, cianol FF, azul intensivo, etc.	Azul patentado, azul patentado nuevo, azul neptuno, azul xileno, azul ácido brillante, azul ketona, erioglaucina, eriocianina, eriocloriña, cianol, cianina, violeta ácido sólido 10 B, cianógeno, etc.	Azul soluble, azul agua, azul alcalino, azul brillante clorazol 14 B, azul isamina 8 B, azul betamina 8 B, azul dianilo brillante 6 G, azul cielo brillante 8 G, azul directo 12 B	Azul lanacilo, azul ácido azoico, azul azomerino, azul marina azoico, azul cromazona, azocianina, ortocianina, etc.	Alizarinsafirol, antracianina, azul directo alizarina E B, E 3 R, alizarincianol E F, antrazurrol brillante, erocianina L M, azul cielo sólido, etc.	Alizarinastrol, alizarinuranol, cianantrol, azul directo de alizarina B, alizarincianol B, azul cielo de alizarina, azul de antraquinona, etc.	Alizarincianina, alizarincianina brillante, azul de antraceno, azul índigo de alizarina, azul de alizarina ácido 2 B y G R, etc.	Azul indantreno W B	Azul de alizarina brillante, azul brillante mercerol, indocromina, etc.	Galocianina, azul celestino, coreína ciruela, azul galamina. azul delfín, azul delfín brillante indalizarina, lanoglaucina, ultracianina, ultravioleta, etc.	Cianina eriocromo, eriocromoazurrol, azul cromol, azul cromoxano, etc.	Índigo, azul helindona 3 G y 2 B, azul ciba, azul tioíndigo, etc.	Azul ácido sólido R, violamina 3 B	Azul al cromo	Azul para batán brillante B	Azul chipre, azul cromotropo, azul al cromo ácido, azul sólido al cromo, azul de antraceno al cromo, azul para mordiente sólido, azul salicina al cromo, azul monocromo, etc.	Azul autocromo	Azules y azules cielo: diamina, benzo, dianilo, chicago, clorazol, naftamina, etc.; azul ácido sulfónico, sulfocianina, sulfoazurina, azul sólido erio S W R, azul tolil G R extra y 5 R extra, etc.	Azul de alizarina (*grupo antraquimolínico*)

Col. 1: Ciertos colores sobre mordiente básicos correspondientes a la división 17 (azul celestino B, coreína de azul para lana son mezclas que contienen azul patentado.—Col. 9: Todos los colores de la clase del azul son apenas desteñidas.—Col. 10: Las marcas rojizas de los azules brillantes clorazol, de los azules isamina, por las marcas más azules de compuestos del trifenilmetano con un diazocolor de la división 25.—Col. 13: El color primitivo. Estos colores son probablemente mezclas.—Col. 18: Muchos azules y azules marina de la sobre mordiente Los azules eriocromo S, B y BR son azocolores sobre mordiente, como también el azul al cromo A es la mezcla de un cromotropo con un poco de azul patentado. El azul al cromo B es también una por larga ebullición. La sulfoazurina brillante es reducida por el hidrosulfito a un color rosa, que solo es 2 R, galocianina, etc.), tienden a ceder color si se hierven con ácido acético al 5 por 100.—Col. 8: Ciertos tipos patentado presentan cierta dificultad a ser desteñidos por el amoníaco diluído y algunas marcas nuevas de los azules dianilo brillantes y de los azules cielo brillantes son mezclas de colores puros representados azul cianantrol y el azul cielo de alizarina reaparecen con persulfato de color verde pizarra en vez del serie eriocromo son mezclas probablemente del eriocromoazurol o del eriocromocianina con azocolores obscuro eriocromo B.—Col. 19: El gris helindona y el gris tioíndigo se hallan en el baño de acetato sódico solamente mezcla.—Col. 25: Las sulfocianinas y las sulfoazurinas tiñen el algodón en el baño de acetato sódico solamente decolorado con gran dificultad.

TABLA LX

Colorantes verdes sobre lana (1)

Se hace hervir dos veces por un minuto con ácido acético al 5 %

Cede mucho color: **Colorante básico.** Se hace hervir con hidrosulfito A X			Cede poco o nada de color: **Colores ácidos, tina, sobre mordiente o salinos.** Se hace hervir dos veces por un minuto con amoníaco al 1 % en presencia de algodón blanco																
			Cede mucho color, pero el algodón se mantiene blanco: **Colorante ácido.** Se hace hervir con hidrosulfito A X						Cede poco o nada de color: **Colores tina, sobre mordiente o salinos.** Hervir con hidrosulfito AX										
Se decolora			Se decolora			No se decolora, pero cambia de color: *Grupo de la antraquinona.* El color de la fibra reducida es		Se decolora y el color reaparece al aire. Se busca el mordiente		Se decolora. El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano*	Se decolora. El color no reaparece al aire ni con persulfato: *Azocolores.* Investigar el mordiente					El color pasa al violeta rojo. El color original reaparece con el persulfato. Presencia de mordiente de cromo	El color pasa al naranja o al pardo naranja: *Grupo de la alizarina*	
												Presencia de mordiente. Hervir por 2 ó 3 minutos con acetato sódico al 5 % en presencia de algodón blanco			Ausencia de mordiente: *Color salino.* Confirmar mediante ebullición con acetato sódico al 5 % en presencia de algodón blanco			
Por exposición al aire aparece una coloración violeta intensa: *Derivados azoicos de la safranina*	El color primitivo reaparece al aire: *Grupo de las acinas, oxacinas y tiacinas*	El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano*	El color reaparece al aire: *Grupo de las acinas, oxacinas y tiacinas*	El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano*	El color no reaparece al aire ni con persulfato: *Azocolores*	violeta rojo; con persulfato se vuelve verde azulado	naranja; con persulfato se vuelve verde agrisado	Presencia de mordiente. *Grupo de la oxacina o tiacina*	Ausencia de mordiente: *Colortina, indigoide.* Confirmar mediante extracción con anilina y sublimación	Se decolora. El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano* Presencia de mordiente de cromo	Fibra y solución pardo-claras: *Grupo nitroso*	El color de la fibra no cambia o se vuelve más azul: *Azocolores*	El algodón se tiñe: *Color sobre mordiente salino*			El color original reaparece al aire. Presencia de mordiente	El color original no reaparece al aire, pero sí con persulfato. Presencia de mordiente de cromo
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18		
Verde janus, verde diacina	Verde sólido M, verde acina, verde capri, verde metileno, etc.	Verde malaquita, verde brillante, verde sólido, setoglaucina, verde china, verde sólido nuevo, etc.	Verde acina S, etc.	Verde ácido, verde luz, verde guinea, verde para lana, verde neptuno, verde naftalina, verde sólido alcalino, verde sólido cianol, verde agalma, erioviridina, verde erio, verde brillante para batán B, verde noche, etc.	Verde ácido sulfónico, mezclas de un azocolor azul y un amarillo	Verde esmeralda de alizarina, verde directo de alizarina	Verde antraquinona, verde alizarincianina, verde brillante alizarina, verde ácido sólido R H, verde azul antraquinona	Verde de alizarina B y G	Verde ciba G, verde helindona G	Verde cromoxano, verde al cromo, verde al cromo sólido, etc.	Verde naftol B, gambina, dioxina, verde al cromo G, etc.	Verde diamante B y 3 G, verde cromoxal, verde chipre, verde al cromo omega, verde eriocromo H y L, verde al cromo ácido, verde sólido al cromo, etc.	Verde diamante 2 S, verde patentado al cromo N, verde mercerol, etc.	Verdes: diamina, benzo, dianilo, colombia, clorazol, naftamina, etc.	Verde eriocromo, verde de alizarina ácido	Cerulelina, verde de alizarina S, verde obscuro de alizarina W	Verde de alizarincianina, alizarinviridina, alizarinviridina brillante, etc.		

(1) Los tintes verdes están obtenidos frecuentemente con mezclas de colores azules y amarillos; por lo tanto se deben consultar también las tablas LVI y LIX.—Col. 5. El verde brillante para batán S es un color de la clase del azul patentado y en vista de su matiz caería en la tabla LIX.—Col. 13. El oliva eriocromo, por el tratamiento con ácido clorhídrico conc., da una solución y la fibra carmesí.

TABLA LXI

Colorantes pardos

Se hace hervir dos veces por un

Cede mucho color: **Color básico**. Se hace hervir con hidrosulfito A X		Cede poco o nada de color: **Colores ácidos, tina,**		
		Cede mucho color: **Color ácido.** Por ebullición con hidrosulfito AX se decolora. El color no reaparece al aire ni con persulfato: *Azocolores*	Cede poco o nada	
			Se decolora; el color reaparece al aire. Se hace hervir por dos minutos con acetato sódico al 5 % en presencia de algodón blanco	
Se decolora. Al aire reaparece un color violeta: *Colores azoicos de la safranina*	Se decolora. El color no reaparece al aire ni con persulfato: *Azocolores.*		El algodón se mantiene blanco: *Colores tina indigoides*	El algodón se tiñe: *Colores salinos del grupo del estilbeno*
1	2	3	4	5
Pardo diacina	Pardo Bismarck, pardo janus, pardo al tanino	Pardo ácido, pardo sólido, pardo resorcina, pardo sopramina, pardo guinea, pardo ácido sulfónico, pardo neptuno, pardo para lana, etc.	Pardo helindona, pardo ciba, pardo tioíndigo, etc.	Pardos mikado

(1) Los tintes pardos son con mucha frecuencia obtenidos con mezclas de colores, por ejemplo, de un naranja con un azul o un violeta; en estos casos se deben consultar también las respectivas tablas. También los colores pardos del comercio son a menudo mezclas.—Col 1: El pardo diacina puede ser clasificado como un violeta.—Col 3: Los pardos antracianina GL y RL, que son mezclas, vienen a caer en este grupo. Por reducción con hidrosulfito AX y oxidación con persulfato se obtiene un azul o un azul gris. El pardo sólido G da un extracto teñido de rosa con amoníaco diluído.—Col. 4: Los colores tina una vez reducidos reaparecen al aire mucho menos rápidamente que los del estilbeno. El pardo helindona CR en particular reaparece muy lentamente y debe ser comprobado por la solubilidad en anilina. El pardo ciba R, a diferencia de los demás colores pardos tina, no es reducido a un amarillo pálido, sino a un pardo amari- llento.—Col. 7: Cierto número de pardos azoicos sobre mordiente tiñen muy ligeramente el algodón si se hierven largo tiempo en la solución de acetato sódico.—Col. 9: El pardo de aliza- rina G es un azocolor sobre mordiente.—Col. 10: El catecú en tonos obscuros es susceptible de ser ligeramente desteñido por el hidrosulfito AX virando además al anaranjado.

sobre lana (1)

minuto con ácido acético al 5 %

sobre mordiente o salinos. Se hace hervir dos veces por un minuto con amoniaco diluído al 1 %

de color. **Colores tina, sobre mordiente o salinos.** Se hace hervir con hidrosulfito A X

Se decolora. El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato	Se decolora; el color no reaparece al aire ni con persulfato: *Azocolores.* Hacer hervir por dos minutos con acetato sódico en presencia de algodón blanco. Investigar el mordiente		El color de la fibra queda inalterado. Se hace hervir con ácido clorhídrico diluído 1 : 10. Investigar el mordiente	
	El algodón se mantiene blanco. Presencia de cromo: *Colores sobre mordiente ácidos*	El algodón se tiñe. Puede haber presencia de cromo. *Color salino*	Cede color. Presencia de cromo	No cede color. Presencia de cromo y de cobre
6	7	8	9	10
Cromógeno, oxicromina	Pardo ácido de antraceno, pardo ácido de alizarina, pardo al cromo de antraceno, pardo diamante, pardo al cromo ácido, pardo al cromo palatino, pardo salicina, pardo oxicromo, pardo meta- cromo, pardo monocromo, pardo mercerol, etc. También pardo de manganeso (Mn en las cenizas)	Pardos: diamina, benzo, diamilo, colombia, congo, naftamina, toluileno, de Hesse, etc.	Antragalol, pardo de antraceno, pardo de alizarina	Catecú

TABLA LXII

Colorantes negros y

Se hace hervir dos veces por un

	Cede poco o nada de color: **Color ácido, sobre mordiente o salino**, Se hace				
	El color es expulsado: **Color ácido o salino**		Cede poco o nada de color.		
Cede mucho color: **Color básico**	El algodón se mantiene blanco: **Color ácido.** Por ebullición con hidrosulfito A X el color es expulsado permanentemente	El algodón es teñido: **Color salino.** Por ebullición con hidrosulfito A X el color es expulsado permanentemente	Fibra y solución carmesíes	Fibra y solución **naranja o pardo-pálido**	Fibra azul o violeta azul y solución carmesí. Investigar el índigo mediante extracción con anilina, evaporación y sublimación
1	2	3	4	5	6
Negro janus, negro diacina, negro yute, gris sólido nuevo, etc.	Negro naftol, negro naftilamina, nerol, negro amida, negro amina, negro ácido azoico, negro azomerino, negro palatino, negro sopramina, negro sulfocianina, negro sulfónico, negro patentado biebrich, negro cresol, negro guinea, etc.	Negro unión, negros y negros sólidos: colombia, diamina, dianilo, benzo, clorazol, naftamina; negro carburo, negro fuerte directo, negro azul directo, negro cromanilo, negro algodón, etc.	Campeche sobre cromo.	Campeche sobre hierro, negro de bonsor	Negro tina (índigo y campeche)

(1) La reducción de los colores negros mediante hidrosulfito determina rara vez el paso al salinos y sobre mordiente destiñen si se hierven con ácido clorhídrico diluído dando líquidos

grises sobre lana

minuto con ácido acético al 5 %

hervir dos veces con amoníaco hidroalcohólico al 1 % en presencia de algodón blanco

Color sobre mordiente. Se hace hervir por ½ minuto con ácido clorhídrico diluído 1 : 10

Fibra inalterada. Se hace hervir con hidrosulfito A X (1)				
Ningún cambio. Tratar la fibra original con ácido sulfúrico concentrado frío		Decoloración. Se hace hervir por un minuto con acetato sódico al 5 % en presencia de algodón blanco		El color pasa al pardo. El color primitivo reaparece lentamente al aire
Solución azul	Solución incolora	El algodón se mantiene blanco	El algodón queda teñido	
7	8	9	10	11
Negro de alizarincianina	Negro de anilina	Negro diamante PV, PVB, P2B, F, negro azul diamante EB, negro eriocromo, gris eriocromo, negro sólido al cromo, negro al cromo de antraceno, negro de alizarina ácida, negro al cromo sólido, negro al cromo ácido, gris de alizarina ácido, gris autocromo, etc.	Negro diamante FB, FR, NG, GA, 2B, negro al cromo palatino, negro ácido de antraceno, negro de alizarina, gris monocromo, gris cromado de antraceno, etc.	Naftazarina, negro azul de alizarina SW, W, negro de alizarina brillante, negro de alizarina S, WR, WX, etc.

blanco, pues se obtienen generalmente tintes parduscos o griseos.—Col. 9 y 10: Muchos negros azules o violetas, pero el color de la fibra queda poco alterado.

b) INVESTIGACIÓN DE LOS COLORES FIJADOS SOBRE ALGODÓN.—La investigación de la naturaleza del tinte o del estampado sobre algodón ofrece en general mayores dificultades de las que se encuentran en el caso de los productos de lana teñidos.

Para esta investigación conviene tener en cuenta lo siguiente:

1. La presencia del tanino empleado en la tintura de ciertos colores básicos, dificulta la extracción con ácido acético o fórmico diluídos. Para obviar este inconveniente se elimina el tanino mediante tratamiento con solución de sosa cáustica hirviente. Pero como esta última podría desteñir también el color, su solución es saturada con cloruro de sodio. En estas condiciones los colores básicos quedan sobre la fibra en estado de bases libres y se pueden fácilmente extraer con ácido acético, o mejor todavía con ácido fórmico, diluídos e hirvientes.

La mayor parte de las demás substancias colorantes no sufren la acción de la sosa cáustica salada, pero existen colores sobre mordiente, como por ejemplo el rojo turco, que quedan en parte descompuestos. En estos últimos casos no obstante el extracto obtenido con ácido acético o fórmico no presenta en general el mismo tinte de la muestra en examen. A fin de evitar toda posibilidad de error, aunque haya sido expulsado el color en cantidad apreciable, es recomendable agregar al extracto ácido una solución de tanino; si con esto se forma un precipitado, se tratará en efecto de un colorante básico.

Los colorantes sobre mordiente básicos (Gallocianina, etc.), si se tratan con sosa cáustica salada y después con ácido fórmico, se comportan como colores básicos, con la diferencia de que son extraídos menos completamente. Los extractos ácidos dan con el tanino un precipitado más fino o menos neto. Para distinguirlos de los colorantes básicos ordinarios se recurre a la propiedad que tienen los colores básicos sobre mordiente de ser precipitados por el fluoruro de cromo.

2. Ciertos colores básicos fijados sobre tanino no son reducidos por el hidrosulfito, o si se llega a formar el leucoderivado, éste entra en disolución. En consecuencia la reoxidación sobre las fibras resulta imposible. Para obviar este inconveniente se transporta el color sobre lana y se hacen sobre ésta los ensayos con el hidrosulfito y con el persulfato. Este transporte del algodón a la lana se obtiene fácilmente una vez eliminado el tanino del modo antedicho, y ofrece la ventaja, en el caso de tejidos de algodón ligeramente colorados, de poder reunir sobre una pequeña cantidad de lana el color de una muestra grande del tejido en examen, por lo que los ensayos se presentan más netos. Otra ventaja dependiente del transporte antedicho consiste en que en el caso de que se trate de una mezcla de colores, será a menudo posible obtener una separación de las substancias

colorantes, ya que éstas deberán de poseer ordinariamente diferente afinidad para la lana.

3. En el caso de colores ácidos se emplea también el método de transportarlos sobre lana antes de los ensayos de reducción y de oxidación.

4. En el caso de colores que no sean ni ácidos ni básicos, los ensayos de reducción y de oxidación se hacen sobre el mismo algodón. A fin de vencer la resistencia que ciertos colores azoicos, y especialmente los que están formados directamente sobre la fibra, presentan a ser reducidos, se hace más activo el hidrosulfito mediante adición de pequeñísimas cantidades de especiales substancias colorantes o de otros cuerpos reductores, como el escarlata de indulina, la alizarina y la antraquinona. Se prefiere esta última porque no tiñe el algodón, y agregada en mínima cantidad a la solución de hidrosulfito, acidulada luego ligeramente con ácido acético, constituye un reactivo (hidrosulfito B X) que provoca la reducción en todos los casos.

5. Para la identificación de los colores al azufre se emplea la reacción con el cloruro estannoso, la cual, en realidad, puede en ciertos casos ser causa de errores debidos a la presencia de otros compuestos sulfurados capaces de desprender, en las mismas condiciones experimentales, ácido sulfhídrico, como por ejemplo compuestos bisulfíticos, ultramar, etc. Además muchos colorantes directos, aun no siendo colores al azufre, desprenden hidrógeno sulfurado si se calientan con cloruro estannoso. Esto a causa quizá de que los grupos sulfónicos son reducidos. Es por lo tanto necesario excluir la presencia de los colorantes directos antes de proceder a la investigación de los colores al azufre.

Reactivos.—Los reactivos necesarios para la investigación de la naturaleza del tinte sobre algodón son los siguientes:

1. Amoníaco 1 por 100 (1 cm^3 de amoníaco de peso específico 0,884 en 100 cm^3 de agua).

2. Solución acuosa al 10 por 100 de hidrato sódico.

3. Sosa cáustica salada (10 cm^3 de solución de NaOH al 35-40 por 100 en 100 cm^3 de solución saturada de Na Cl).

4. Acido fórmico 90 por 100.

5. Acido fórmico diluído 1 por 100 (1 cm^3 de ácido fórmico al 90 por 100 en 100 cm^3 de agua).

6. Acido clorhídrico diluído 1 : 20 (5 cm^3 de ácido clorhídrico de peso específico 1,152, es decir al 30 por 100 aproximadamente, en 100 cm^3 de agua).

Carbonato sódico 5 : 100, o bien jabón de Marsella 10 gr en 300 cm^3 de agua.

8. Solución de tanino (10 gr de tanino y 10 gr de acetato sódico en 100 cm^3 de agua).

9. Solución de hipoclorito de cal (3°,4 Bé = peso específico 1,025).

10. Hidrosulfito B y A X (pág. 648).

11. Hidrosulfito B X: 50 gr de hidrosulfito N F co., o de rongalita, se disuelven en 125 cm^3 de agua caliente. Se tritura 1 gr de antraquinona precipitada (no sublimada) en polvo fino y se amasa con un poco de la solución antedicha. Se agrega esta pasta a la solución caliente de hidrosulfito y se calienta a 90° C por 1-2 minutos. Luego se diluye con agua fría hasta 500 cm^3 y se agrega, una vez frío, 1,5 cm^3 de ácido acético glacial. Se conserva en frasco bien cerrado con tapón esmerilado engrasado. De vez en cuando conviene verificar el reactivo, antes de usarlo, con algodón teñido con burdeos de α-naftilamina, que deberá decolorarse completamente a los 1-2 minutos de ebullición.

12. Cloruro estannoso: se disuelven 100 gr de cloruro estannoso en 100 cm^3 de ácido clorhídrico puro al 30 por 100 aproximadamente, diluídos con 50 cm^3 de agua. En su lugar, para la investigación de los colores al azufre, se puede emplear una solución concentrada de cloruro de titanio.

13. Fluoruro de cromo (19 gramos de fluoruro de cromo y 5 gr de acetato sódico en 100 cm^3 de agua).

14. Solución acuosa saturada en frío de persulfato potásico, o bien solución acuosa al 1 por 100 de persulfato amónico (V. nota de la pág. 648).

Modo de operar.—Las normas generales son las mismas que las indicadas a propósito de la investigación de los colores fijados sobre lana (pág. 649). En el caso de productos estampados con varios colores se deben recortar las diversas porciones distintamente coloradas y practicar los ensayos sobre cada una de ellas.

En los diversos casos que pueden presentarse téngase presente lo siguiente:

1. Ensayo de desteñido de los colorés ácidos.—Algún color directo es en parte decolorado por el amoníaco diluído, lo cual podría inducir a creer que se trata de un colorante ácido. Para evitar el error es útil agregar, al efectuar el ensayo, un pedazo de algodón blanco mercerizado. Si se trata de un colorante ácido, el algodón queda blanco o se tiñe apenas y se vuelve blanco cuando se hace hervir por segunda vez con el amoníaco diluído.

2. Transporte de los colores básicos sobre la lana.—Se elimina primero el tanino haciendo hervir la muestra en examen por medio minuto con la sosa cáustica salada. Se lava bien con agua fría (o bien, si la base es soluble, con agua salada) a fin de expulsar todo el álcali y se hace luego hervir con un pedazo de lana blanca, de ordinario aproximadamente mitad del del algodón, o aun menor, en un poco de agua por 1-2 minutos. Generalmente la base del color es robada casi completamente al algodón y da un tinte pleno a la lana. Si el color

no se desarrolla bien sobre la lana, se agregan 1-2 gotas de ácido fórmico diluído (1 por 100). En algún caso excepcional conviene, después del tratamiento con sosa cáustica salada, extraer el color con el ácido clorhídrico (1 : 20) y neutralizar luego con cuidado el líquido con amoníaco antes de agregar la lana.

3. Transporte de los colores ácidos sobre lana.—El tejido en examen se hace hervir, en presencia de pequeña cantidad de lana, con ácido fórmico diluído 1 por 100.

4. Ensayo con el tanino para los colores básicos.—Agrégase alguna gota de solución de tanino al extracto obtenido con ácido fórmico. Agítase, y si el precipitado no se forma en seguida se deja en reposo por algunos minutos. Algunas substancias colorantes, como las rodaminas, las galocianinas y los colores al cromo de la serie de la rosanilina (que contienen grupos carboxílicos o hidroxílicos además de los grupos básicos) precipitan lentamente, y el precipitado, estando muy subdividido, es a veces difícil de ver.

5. Ensayo para los colorantes salinos.—Se hace hervir aproximadamente por un minuto un pedazo del tejido en examen en la solución de jabón o de carbonato sódico, en presencia de algodón blanco mercerizado, y se observa si el algodón queda teñido.

6. Investigación de los colores al azufre.—La muestra del tejido, introducida en un tubo de ensayo o en un matracito cónico, se cubre exactamente con la solución ácida de cloruro estannoso. Cúbrese la boca del tubo de ensayo o del matraz con un pedazo de papel de filtro embebido de acetato de plomo, y se calienta lentamente el líquido hasta ebullición. Si sobre el papel de filtro aparece una mancha pardo-negruzca, se está en presencia de un color al azufre. No conviene sin embargo prolongar mucho la ebullición, porque los vapores de ácido clorhídrico pueden hacer desaparecer la mancha parda de sulfuro de plomo formada.

Para evitar los errores provenientes de la presencia accidental de materias extrañas sulfuradas en el algodón, éste se hace hervir por medio minuto, antes del ensayo descrito, con una solución de sosa cáustica al 10 por 100, haciéndolo luego hervir bien con agua. Pero hay que tener presente que después de este tratamiento la reacción de los colores al azufre resulta menos evidente. No se deben emplear en este ensayo, sino después de lavarlos cuidadosamente, tubos o matraces que ya hayan servido para reducciones con hidrosulfito, pues a consecuencia de tales reacciones se deposita sobre el vidrio una capa imperceptible de azufre que, en presencia de la solución hirviente de sal de estaño, puede provocar un desprendimiento de ácido sulfhídrico.

7. Ensayos de reducción y de reoxidación.—La reducción con hidrosulfito B X se lleva a cabo haciendo hervir el tejido en examen en este reactivo por un minuto hasta cerca de dos minutos. Las aci-

nas, tiacinas, oxacinas, etc., y la mayor parte de los colores azoicos son completamente reducidos al cabo de $^1/_2$ minuto aproximadamente; pero los colores azoicos insolubles y ciertos colorantes directos requieren una ebullición más prolongada para ser enteramente reducidos.

En el ensayo de reoxidación al aire se puede exponer la muestra reducida a los vapores de amoníaco, los cuales aceleran en muchos casos la reoxidación. Si de este modo el color no reaparece se ensaya con solución saturada en frío de persulfato potásico o con solución al 1 por 100 de persulfato de amonio, siguiendo las indicaciones dadas a propósito de los tejidos de lana (pág. 650).

8. Investigación de los colores tina.—Mediante el empleo de las tablas que siguen se llega a poder diferenciar los colores tina de los demás grupos de colorantes, y en la mayor parte de los casos también los colores tina indigoides de los derivados del antraceno. La identificación precisa del color tina empleado en la tintura de un producto dado no siempre resulta fácil. A tal fin se podrán utilizar las reacciones y ensayos expuestos en memorias especiales (1).

9. Investigación de los mordientes.—Para la investigación de los principales mordientes se podrá seguir el método expuesto en la pág. 651 para la misma investigación en los productos de lana teñidos. Como mordientes en la tintura de los productos de algodón se emplean también sales de antimonio y a veces también algunas sales de níquel. Procediendo para la investigación del modo indicado en la pág. 651, el antimonio quedará identificado como sulfuro en el tratamiento con ácido sulfhídrico de la solución clorhídrica de la masa disgregada; el níquel se identificará como sulfuro, tratando con sulfuro amónico el líquido filtrado que se obtiene por el tratamiento con cloruro amónico y amoníaco.

En el caso de productos mordentados mediante empleo de sales de antimonio puede suceder que a consecuencia de la disgregación de las cenizas, la cápsula de platino resulte algo atacada. Para obviar este inconveniente se podrá, todas las veces que se sospeche la presencia de antimonio, proceder del modo indicado en la nota de la pág. 652. Pero en este caso la porción que queda sin disolver después del tratamiento con zinc y ácido sulfúrico, se debe tratar con agua regia.

---

(1) Green G. A. y Frank G. H.: The Reactions of the Vat Dyestuffs upon Cotton Fibre (*Journ. Soc. Dyers and Colourists*, XXVI, 1910, pág. 83, y *Ann. Labor. Chim. Centrale Gabelle*, VI, pág. 410).

TABLAS

para el reconocimiento de los colores orgánicos artificiales sobre algodón

TABLA LXIII

Colorantes amarillos y anaranjados sobre algodón

Hervir con amoníaco diluído al 1 % (1)

El color es expulsado. Hervir con agua acidulada y un pedazo de lana blanca			El color no es expulsado. Hervir ¼ de minuto con sosa cáustica salada, lavar con agua fría y hervir con agua acidulada con una o dos gotas de ácido fórmico diluído 1 : 100						
	El color pasa a la lana: **Color ácido.** Hervir la lana con hidrosulfito B		El color es completamente destruído, y ambas soluciones, así como la fibra, son incoloras. Tratar la fibra original con sulfuro de amonio frío.				El color es expulsado completamente o en gran parte, dando un extracto ácido colorado, que es precipitado por la solución de tanino: **Color básico.** Transferir el color sobre lana y hervir con hidrosulfito B		
				La fibra no se ennegrece. Hervir con hidrosulfito BX			Lana no decolorada. Hervir el algodón con *H Cl* 1:20		
El color no pasa a la lana. Presencia de *Sn* en las cenizas	Ninguna decoloración: *Grupo de la pirona y de la quinolina*	Decoloración permanente: *Grupo azoico*	Fibra ennegrecida. Presencia de *Cr* en las cenizas	No hay decoloración. Buscar *Al* en las cenizas		Decoloración	Decoloración	No se decolora. Las soluciones obtenidas con H_2SO_4 conc. y con alcohol son fluorescentes: *Grupo de la acridina*	Lana decolorada permanentemente: *Grupo azoico*
				Presencia de *Al*	Ausencia de *Al*				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Granos de Persia sobre mordiente de Sn	Amarillo quinolina, naranja eosina	Amarillo indio, naranja IV, G, etc.	Amarillo de cromo o naranja de cromo (cromato de Pb)	Amarillo de alizarina A	Tioflavina T, amarillo metileno, amarillo rodulina	Flavindulina	Auramina	Fosfina, benzoflavina, amarillo de acridina, naranja de acridina, corifosfina, reonina, fosfina patentada, flavofosfina, aurofosfina, etc.	Crisoidina, naranja al tanino, amarillo janus, azofosfina, fosfina nueva, etc.

No se obtiene un extracto ácido colorado precipitable de la solución de tanino. Hervir con hidrosulfito B X la fibra original				Color no modificado, o vuelto más claro, más pardo o azul, pero reapareciendo al aire el color original. Practicar el ensayo con acetato de plomo			
Se decolora o se vuelve amarillo claro. El color no reaparece al aire: *Azocolores*, comprendido el *grupo del estilbeno*. Hervir con solución de jabón en presencia de algodón mercerizado					No se desprende SH_2. Hervir con solución de jabón en presencia de algodón blanco mercerizado		
El color blanco se tiñe: **Color salino**		El algodón blanco no se tiñe. Hervir con piridina		Desprendimiento de H_2S. *Colores al azufre*	El algodón blanco queda teñido: *Color salino del tiazol*	El algodón blanco no queda teñido. **Colores sobre mordiente o tina.** Hervir con ácido fórmico al 90 %. Rebuscar el mordiente	
La fibra después de la reducción es amarilla clara y puede ser diazoada y desarrollada en rojo con β naftol: *Color azoico de la primulina*	La fibra después de la reducción, queda incolora: *Azocolores salinos*	Color expulsado: *Color azoico insoluble*	Color no expulsado. *Cr* en las cenizas: *Color azoico sobre mordiente*			El color es expulsado por el ácido fórmico. *Al* o *Cr* en las cenizas. *Color sobre mordiente*	El color no es expulsado por el ácido fórmico. Ausencia de mordiente en las cenizas. *Colores tina*
11	12	13	14	15	16	17	18
Primulina, desarrollada con fenol o con resorcina, amarillo algodón G y R, amarillo oriol, amarillo dianilo, etc.	Crisofenina, crisamina, amarillo carbazol, amarillo y naranja toluileno, amarillos y naranjas estilbeno, amarillos y naranjas: benzo, congo, diamina y dianilo; amarillo piramina, naranja pluto, etc.	Naranja de metanitroanilina, naranja de nitrotoluidina, naranja del naftol AC	Naranja al cromo, amarillo de alizarina R, GG, etc.; flavina diamante, flavazol, etc.	Amarillos y anaranjados: immedial, katígeno, pirógeno, tiógeno, sulfur, tional, crossdye, etc.	Clorofenina, amarillo de cloramina, amarillo sólido diamina B, FF y C, amarillo clayton, amarillo tiazol, tioflavina S, etc.; primulina desarrollada con hipoclorito	Granos de Persia sobre mordientes de Al y Cr, naranja de alizarina sobre mordiente de Al	Naranja helindona R, amarillo helindona 3G, antraflavona G, amarillo algol 3G y R, naranja algol R, amarillo indantreno, naranja indantreno RT, cobre indantreno, naranja dorado indantreno, amarillo cibanona R, naranja cibanona R

(1) El amarillo brillante es muy desteñido por el amoníaco diluído, pero en presencia de sosa cáustica salada y por consiguiente el extracto fórmico no da precipitado con la solución blanco por ebullición en el baño de jabón.—Col. 15: Los amarillos al azufre del grupo del tiazol, dón si se hierven en solución de jabón.— Col. 18: El amarillo helindona y el naranja helindona ción con hidrosulfito BX el amarillo helindona se vuelve aceitunado y el naranja helindona se el naranja dorado indantreno queda inalterado.

algodón blanco, éste queda teñido.—Col. 8: La auramina G es casi completamente expulsada por la de tanino.—Col. 14: La flavina diamante, si no fué completamente fijada, puede teñir el algodón como por ejemplo el amarillo katígeno 2G, el amarillo pirógeno, etc., tiñen ligeramente el algodespiden vapores amarillos cuando se calienta la fibra en seco en un tubo de ensayo; por reducdecolora. El amarillo indantreno (flavantreno) por reducción con hidrosulfito BX se vuelve azul;

TABLA LXIV

Colorantes rojos

Hervir con amoníaco

El color es expulsado: **Color ácido.** Transportar sobre lana y hervir con hidrosulfito A X		El color no es expulsado. Hervir por un ¼ de minuto con sosa cáustica salada, lavar					
		Color completamente o casi completamente expulsado; extracto ácido colorado que precipita con la solución de tanino: **Color básico** (sobre tanino u otro mordiente). Transportar sobre lana y hervir con hidrosulfito A X				No se obtiene un	
						Decoloración. El color no persulfato: *Grupo azoico.* jabón en presencia de zado	
						El algodón blanco queda teñido: **Color salino.** Buscar *Cu* y *Cr* en las cenizas	
No hay decoloración: *Grupo de la pirona*	Decoloración. El colbr no reaparece al aire ni con persulfato: *Grupo azoico*	Lana no decolorada: *Grupo de la pirona*	Lana decolorada, el color reaparece al aire: *Grupo de la acina*	Lana decolorada, el color no reaparece al aire pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano*	Lana decolorada, el color no reaparece al aire ni con persulfato: *Grupo azoico*	Ausencia de *Cu* o *Cr*: *Color salino azoico*	Presencia de *Cu* o *Cr*: *Color salino azoico, tratado después del tinte*
1	2	3	4	5	6	7	8
Eosinas, floxina, eritrosina, rosa bengala, etc.	Escarlatas de croceína, croceínas brillantes, rojos sólidos, escarlata palatino, etc.	Rodaminas, rodinas, irisamina, rojos de acridina, anisolina, rosa de rodulina, etc.	Safraninas, rojos de rodulina, escarlata acina, rojo neutro, escarlata de indulina, etc.	Magenta, fucsina, fucsina nueva, isorubina, cereza, granadinas, etc.	Rojo janus	Benzopurpurina, escarlatas y rojos diamina, benzoescarlatas sólidos, rosanitrenos, rojo zambeze, erica, rosa diamina, geranina, rosofenina, escarlata diazobrillante, etc.	Rojo sólido diamina F, etc.

Col. 6: El rojo clarete janus no se transfiere muy fácilmente sobre lana.

sobre algodón

diluído al 1 %

con agua fría y hervir por un minuto con agua acidulada con una o dos gotas de ácido fórmico diluído 1 : 100

extracto ácido colorado precipitable por la solución de tanino. Hervir con el hidrosulfito B X

reaparece al aire ni con Hervir con solución de algodón blanco mercerí-		Decoloración o paso del color al amarillo. El color primitivo reaparece al aire: *Grupo de la acina o indigoides.* Hacer el ensayo con acetato de plomo. Calentar también la fibra en tubo de ensayo seco		El color se vuelve amarillo verdoso (el color primitivo no reaparece al aire) y se puede diazoar y desarrollar en rojo con β naftol: *Color azoico de la primulina*	El color no cambia o pasa al marrón o al pardo. El color primitivo reaparece al aire: *Grupo del antraceno.* Hervir con ácido fórmico 90 %. Buscar también el mordiente en las cenizas		
El algodón blanco no queda teñido. Hervir con piridina					Color expulsado por el ácido fórmico, *Al* en las cenizas: *Color de antraceno sobre mordiente*	El color es poco modificado por el ácido fórmico	
Color expulsado: *Color azoico insoluble*	Color no expulsado; *Cr* en las cenizas *Color azoico con mordiente*	Desprendimiento de H_2S: *Color al azufre*	Se desprende H_2S. Vapores rojos calentando en seco la fibra en tubo de ensayo			*Cr* en las cenizas, *Color de antraceno sobre mordiente*	Ausencia de cromo: *Color tina derivado del antraceno*
9	10	11	12	13	14	15	16
Rojo de paranitroanilina, burdeos de α-naftilamina, rosa cloroanisidina, rosa nitroanisidina, escarlata y rojos del naftol A C.	Rojo al cromo, rojo al cromo brillante, burdeos al cromo, etc.	Rubina tiógeno, etc.	Rojo algol 5 G, escarlata algol G, rosa algol R, rojo ciba G, escarlata ciba G, burdeos ciba B, rojo tioíndigo B, escarlata tioíndigo, rojo helindona B y 3 B, escarlata helindona S, escarlata sólido helindona R, rojo tina	Primulina desarrollada con el β-naftol o con sal R	Rojo turco, rojo de alizarina, rosa de alizarina, marrón de alizarina	Alizarin-purpurinas o marrón de alizarina sobre mordiente de cromo	Rojo algol B, rojo indantreno, rojo vino clarete indantreno, escarlata ciba G

TABLA LXV

Colorantes púrpura y violetas sobre algodón

Hervir con amoníaco diluído al 1 % (consérvese el extracto amoniacal)

Color expulsado: **Color ácido.** Transferido sobre lana, se decolora con hidrosulfito A X y reaparece con el persulfato: *Grupo del trifenilmetano*		El color no es expulsado. Hervir ¼ minuto con sosa cáustica salada, lavar con agua diluído 1 : 100					
		Color expulsado completamente o casi completamente dando un extracto ácido colorado que precipita con el tanino: **Color básico** (sobre tanino o sobre otro mordiente) o **color sobre mordiente básico.** Agregar al extracto el reactivo «fluoruro de cromo».					
		No precipita: **Color básico.** Transportar el color sobre lana y hervir con hidrosulfito A X				Precipita. Presencia de *Cr* en las cenizas. **Color sobre mordiente básico.** Hervir la muestra con hidrosulfito B X	
La solución amoniacal es incolora, pero se vuelve azul acidificando	La solución amoniacal es violeta	Ninguna decoloración *Grupo de la pirona*	Decoloración. El color reaparece al aire: *Grupo de la acina, oxacina, tiacina*	Decoloración. El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano*	Decoloración. El color no reaparece al aire ni con persulfato: *Grupo azoico*	Decoloración. El color reaparece al aire. *Grupo oxacina*	Decoloración lenta. El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano*
1	2	3	4	5	6	7	8
Matices rojos de azules solubles y alcalinos	Violetas ácidos, violetas formilo, violeta alcalino, violeta guinea, etc.	Anisolina	Violeta metileno, violeta rodulina, violeta iris, violeta neutro, heliotropo al tanino, etc.	Violeta metilo, violeta etilo, violeta bencilo, violeta cristal, etc.	Rojo clarete janus, etc.	Galocianina, violeta moderno, ultravioleta, coreína, ciruela, etc.	Violeta al cromo

Col. 17: El rojo clarete janus no se transfiere muy fácilmente sobre lana.— Col. 17: La alizarina sobre cromo se vuelve un poco más parda por reducción con el hidrosulfito B X.

fría (o con agua salada) y hervir por un minuto con agua acidulada con una o dos gotas de ácido fórmico

No se obtiene un extracto ácido colorado precipitable por el tanino. Hervir con hidrosulfito B X											
Decoloración. El color no reaparece al aire ni con persulfato: *Grupo azoico o alizarina sobre hierro* (decoloración lenta). Hervir con solución de jabón y en presencia de un pedazo de algodón blanco mercerizado					Se decolora o amarillea. El color primitivo reaparece por exposición al aire: *Grupo acina, oxacina, tiacina o indigoides.* Ensayo con acetato de plomo. Calentar la fibra en seco en tubo de ensayo			El color no cambia o cambia sólo de tonó de tinte, reapareciendo al aire el color primitivo: *Grupos de la pirona y del antraceno* (también algún color al azufre). Buscar el mordiente en las cenizas			
El algodón queda teñido: **Color salino.** Buscar *Cu* y *Cr* en las cenizas		El algodón no queda teñido. Hervir con ácido clorhídrico 1 : 20			Se desprende H_2S: *Color al azufre*	No se desprende H_2S. Buscar el mordiente en las cenizas		Presencia de *Al* o *Cr*: **Color sobre mordiente**		Ausencia de mordiente. Hacer el ensayo con acetato de plomo	
Ausencia de *Cu* o *Cr*: *Color azoico salino*	Presencia de *Cr* o *Cu*: *Color azoico salino tratado después del tinte*	El color desaparece dando una solución amarilla. *Fe* en las cenizas: *Rojo de alizarina sobre hierro*	El color no es expulsado. Hervir con piridina			Presencia de *Cr*. No desprende por caldeo vapores colorados: *Colores oxacina sobre mordiente* que no van a caer en la columna 7	Ausencia de *Cr* Se desprenden por caldeo vapores coloreados: *Colores indigoides*	El color por reducción no cambia	El color por reducción se vuelve más pardo o más obscuro	Se desprende H_2S: *Colores al azufre*	No se desprende H_2S: *Colores tina derivados del antraceno*
			El color es expulsado: *Color azoico insoluble*	El color no es expulsado. *Cr* en las cenizas: *Color azoico sobre mordiente*							
9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Violetas de las series: diamina, benzo, congo, de Hesse, colombia, clorazol, clorantina, dianilo, rosantreno	Los precedentes tratados con sales de cobre o de cromo	Púrpura de alizarina	Pulga de bencidina	Burdeos al cromo, ciruela al cromo	Violeta tiógeno, violeta catígeno, violeta hidrona, etc.	Violeta moderno, galocianina, ultravioleta, coreína, etc.	Violeta ciba, heliotropo ciba, violeta tioíndigo, violeta helindona	Galeína, violeta de alizarina, rojo clarete de alizarina, alizarín-ciclamino, rojo de alizarina sobre mordiente de cromo	Alizarín-cianina 3 R, burdeos de alizarina	Rojo obscuro tiógeno, etc.	Violantreno o violeta indantreno

TABLA LXVI

Colorantes azules

Hervir con amoníaco

El color es expulsado: **Color ácido** (o *azul de Prusia*)

El color no es expulsado. Hervir ¼ de minuto con sosa cáustica salada, lavar con fórmico diluido 1 : 100

El extracto es incoloro pero se vuelve azul acidificando. Transportado sobre lana, el azul es decolorado con el hidrosulfito A, y reaparece con el persulfato: *Grupo del trifenilmetano*

El extracto es incoloro y se mantiene así acidificando. Con $FeCl_3$ da un precipitado azul

El color es expulsado completa o casi completamente, dando un extracto ácido colorado que precipita con el tanino: **Color básico** (sobre tanino u otro mordiente) o **color sobre mordiente básico.** Se agrega fluoruro de cromo al extracto.

No se obtiene un extracto

No precipita: **Color básico.** Transportar sobre lana y hervir con hidrosulfito A X

Precipita; presencia de *Cr* en las cenizas: **Color sobre mordiente básico.** Hervir la muestra con hidrosulfito B X

Decoloración. El color reaparece al aire: *Grupo de la acina, oxacina o tiacina*

El color se vuelve rojo antes de desaparecer. Al aire se vuelve violeta o azul: *Color azoico de la safranina*

Decoloración. El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano*

Decoloración. El color reaparece al aire. *Grupo de la oxacina*

Lenta decoloración. El color sólo reaparece con el persulfato: *Grupo del trifenilmetano*

Decoloración. El color no reaparece al aire ni con persulfato: *Grupo azoico.* Hervir con solución de jabón en presencia de algodón blanco mercerizado

El algodón queda teñido. **Color salino.** Buscar *Cr* y *Cu* en las cenizas

El algodón no es teñido. El color es expulsado por ebullición con piridina. *Color azoico insoluble*

Ausencia de *Cr* o *Cu*; *Color salino azoico*

Presencia de *Cr* o *Cu*. *Color salino azoico, tratado después del tinte*

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Azul dianilo brillante, azul cielo brillante, azules alcalinos, azules solubles, clorazol, azul brillante, azul isamina, azul betamina	Azul de Prusia	Azules: metileno, nuevo metileno, nilo, capri, metafenileno, Meldola, basilea, cresil, rodulina, nitroso. Indacina, azul sólido, etc.	Azules: indofina, janus, naftindona, diacina, etc.	Azules: victoria, noche, turquesa. Setocianina, etc.	Galocianina, azules: celeste, ciruela, galamina, coreina, ultracianina, cianina moderna, etc.	Azul al cromo	Azules de las series: diamina, benzo, Congo, Colombia, clorazol, dianilo, oxamina, Chicago, etc.	Los precedentes tratados con sales de cobre o de cromo	Azul dianisidina, azul del naftol A C

Col 1: El azul alcalino teñido sobre mordiente de estaño o de tanino es expulsado sólo en parte

sobre algodón

diluído al 1 %

agua fría o con agua salada y hervir por un minuto con agua acidulada con una o dos gotas de ácido

ácido colorado precipitable por la solución de tanino. Hervir la muestra en examen con hidrosulfito B X

Decoloración o amarilleamiento. El color reaparece al aire: *Grupo de la acina, oxacina, tiacina o indigo o indigoides.* Ensayo con acetato de plomo

El color pasa al amarillo verdoso, que puede ser diazoado y desarrollado en rojo con β naftol: *Color azoico de la primulina*

Color no cambiado o cambiado de matiz, volviéndose por ejemplo más pardo o más obscuro, etc.; el color primitivo reaparece al aire. *Color antraceno sobre mordiente* o *colorante tina derivado del antraceno* (también *ultramar*). Hervir con ácido fórmico 90 %

No se desprende H_2S. Calentar la fibra con cuidado en tubo de ensayo en seco

Color expulsado. *Al* en las cenizas. Ensayo con acetato de plomo

El color no cambia mucho. Ensayo de las cenizas, buscando el *Cr*

Producción de H_2S. *Colores al azufre*

Producción de vapores violetas: *Colores indigoides*

Ningún desprendimiento de vapores colorados. *Cr* en las cenizas: *Colores tiacina* u *oxacina sobre mordiente* (que no van a caer en la columna 6)

Producción de H_2S

No se desprende H_2S: *Color de alizarina sobre aluminio*

Presencia de *Cr*. *Color de alizarina sobre cromo*

Ausencia de *Cr*. *Color tina derivado del antraceno*

11	12	13	14	15	16	17	18
Azules; immedial, katígeno, tiógeno, pirógeno, sulfur, hidrona, etc.	Índigo (natural o sintético), índigo M L B 2 B, 4 B, 5 B, 6 B y T, azul ciba, bromoíndigo F B	Azul de alizarina brillante, azul delfín, galofenina, galocianina, azul galamina, ciruela, ultracianina, cianina moderna, azul celestino	Primulina desarrollada con los éteres de la naftilamina	Ultramar	Alizarincianinas o azules de antraceno sobre mordiente de Al, azules erganona	Azul de alizarina, alizarincianinas o azules de antraceno, sobre mordiente de Cr	Azules indantreno, azules algol

por el NH_3 diluído, y la solución es incolora.

TABLA LXVII

Colorantes verdes

Hervir con amoníaco

El color es expulsado: **Color ácido.** El color transferido sobre lana es decolorado con el hidrosulfito A X y reaparece con el persulfato: *Grupo del trifenilmetano*

El color no es expulsado. Hervir ½ minuto con sosa cáustica salada.

El color es expulsado completamente, o casi completamente, dando un extracto ácido colorado que precipita con el tanino: **Color básico** (sobre tanino u otro mordiente) o **color sobre mordiente básico**. Agregar fluoruro de cromo al extracto

No se obtiene un extracto

No precipita: **Color básico.** Transportar sobre lana y hervir con hidrosulfito A X

Precipita. *Cr* en las cenizas. La muestra se decolora con hidrosulfito B X. El color no reaparece al aire, pero sí con persulfato: *Grupo del trifenilmetano*

Decoloración; el color no reaparece al aire ni con persulfato: *Azo-* o *Nitrosocolores*. Hervir con solución de jabón y algodón blanco mercerizado:

Decoloración. El color reaparece por exposición al aire: *Grupo de la acina, oxacina o tiacina*	El color se vuelve rojo antes de desaparecer. Al aire se vuelve violeta o verde: *Grupo azoico de la safranina*	Decoloración. El color no reaparece al aire, pero sí con el persulfato: *Grupo del trifenilmetano*	El algodón blanco se tiñe: **Color salino.** Buscar en las cenizas *Cu* y *Cr*		El algodón blanco no queda teñido. Hervir con ácido clorhídrico 1 : 20	
			Ausencia de *Cu* o *Cr*: *Color salino azoico*	Presencia de *Cu* o *Cr*: *Color salino azoico tratado después del tinte*	Color destruído. Presencia de *Fe* en las cenizas: *Grupo nitroso*	Ninguna decoloración. *Cr* en las cenizas: *Color azoico sobre mordiente*
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Verdes ácidos, verde guinea, verde neptuno, verde naftalina, verde agalma	Verde sólido M, verde metileno, verde acina, verde capri, etc.	Verde janus, verde diacina, etc.	Verdes: brillante, malaquita, metilo, victoria, Setoglaucina, verde sólido nuevo, etc.	Verde al cromo	Verdes: diamina, benzo, colombia, cloramina, etc.	Los precedentes tratados con sales de cobre o de cromo	Verdes: ruso, sólido O, vapor, alsacia, gambina, dioxina, etc.	Verde diamante, etc.

Col 8: Los verdes del grupo nitroso (*Gambina*, etc.) pueden volverse negros, por reducción,

sobre algodón

diluído al 1 %

lavar y hervir dos veces con ácido fórmico diluído al 1 %

ácido colorado precipitable por la solución de tanino. Hervir con hidrosulfito B X

Decoloración. El color reaparece al aire. *Grupo de la acina, oxacina o tiacina*. Ensayo con el acetato de plomo

El color se cambia en amarillo verdoso; al aire no se vuelve verde; puede ser diazoado y desarrollado en rojo con β naftol: *Grupo azoico de la primulina*

El color no cambia, o cambia en rojo, pardo, azul, etc. Buscar en las cenizas cromo y níquel

El color pasa al amarillo. El color primitivo reaparece al aire: *Colores indigoides*

Desprendimiento de H_2S: *Color al azufre*	No se desprende. H_2S: *Color de la oxacina o tiacina sobre mordiente*		Las cenizas contienen *Cr* o *Ni*: *Color de antraceno sobre mordiente*				Ausencia en las cenizas de *Cr* o *Ni*: *Color tina derivado del antraceno*			
			El color reducido es rojo-pardusco. Se vuelve verde con el persulfato, pero no al aire. Hirviendo con *HCl* 1 : 20 solución verde brillante	El color reducido es pardo. El tinte verde reaparece al aire. Hervir con *HCl* 1 : 20			El color reducido es oliva-pardusco. Desprendimiento de H_2S en el ensayo al acetato de plomo	El color reducido es marrón obscuro. El color verde reaparece al aire	El color reducido es azul. El tinte verde reaparece al aire	
				El color no cambia. Solución incolora. *Cr* en las cenizas	El color de la fibra se vuelve gris. La solución es roja. *Ni* en las cenizas	Color de la fibra más pálido. Solución amarilla pardusca				
10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Verdes: immedial, katigeno, tiógeno, pirógeno, tionol, cross-dye, sulfur	Verde gallanílico, indalizarina, etc.	Primulina desarrollada con amidodifenilamina	Alizarinviridina, alizarinviridina brillante, verde de alizarincianina	Verde de alizarina S sobre mordiente de Cr	Verde de alizarina S sobre mordiente de Ni	Ceruleína, verde de antraceno	Olivantreno u oliva de indantreno	Viridantreno o verde indantreno, verde obscuro leucol B	Verde algol	Verde ciba, verde helindona

si el hidrosulfito B X no está suficientemente ácido (formación de Fe S).

TABLA LXVIII

Colorantes pardos

Hervir con amoníaco

El color es expulsado: **Color ácido.** Transportado sobre lana, se decolora permanentemente con hidrosulfito A X: *Grupo azoico*	El color no es expulsado. Hervir ½ minuto con sosa cáustica						
	El color es expulsado dando un extracto ácido que precipita con el tanino: **Color básico.** Transportado sobre lana, se decolora permanentemente con el hidrosulfito A X. *Grupo azoico*	No se obtiene un extracto ácido colorado					
		Decoloración. El color no reaparece al aire ni con persulfato: *Grupo azoico y colores minerales.* Hervir con solución de jabón en presencia de algodón blanco mercerizado					
		El algodón blanco es teñido: **Color salino,** Buscar *Cr* y *Cu* en las cenizas		El algodón blanco no se tiñe. Hervir con piridina			
		Ausencia de *Cr* o *Cu*: *Color salino azoico*	Presencia de *Cr* o *Cu*: *Color salino azoico tratado después del tinte*	El color es expulsado: *Color azoico insoluble.* Buscar el *Cu* en las cenizas		El color no es expulsado: *Color mineral.* Tratar con bisulfito sódico en frío	
				Ausencia de *Cu*	Presencia de *Cu*	Decoloración	No hay decoloración
1	2	3	4	5	6	7	8
Pardo sólido, pardo naftilamina, pardo ácido, etc.	Pardo Bismarck, pardo janus, pardo al tanino, etc.	Pardos de las series: diamina, benzo, congo, diantilo, colombia, de Hesse, oxamina, toluileno, clorazol	Los precedentes tratados con sales de cromo o de cobre	Pardo para (crisoidina y paranitroanilina), pardo de bencidina, pardo de toluidina	Catú de paranitroanilina (rojo para encobrado)	Bronce de manganeso	Gamuza de hierro, kaki (óxidos de Cr y Fe)

Col. 8: La gamuza de hierro y el kaki pueden volverse negros por reducción, si el hidrosulfito BX está insuficientemente ácido (formación de Fe S).

sobre algodón

diluído al 1 %

salada, lavar y hervir dos veces por un minuto con ácido fórmico diluído al 1 %						
precipitable por la solución de tanino. Hervir con hidrosulfito B X						
Se decolora; el color primitivo reaparece al aire	El color vira al amarillo-verdoso y puede ser diazoado y desarrollado en rojo con β naftol: *Color azoico de la primulina*	El color no cambia o cambia solamente el matiz, volviéndose más obscuro, más pálido o más amarillo, etc. Ensayo con el acetato de plomo				
		Desprendimiento de H_2S: *Color al azufre*	No se desprende H_2S: Buscar *Cr* y *Cu* en las cenizas			Ausencia de *Cr* y *Cu*. *Color tina derivado del antraceno*, etc.
			Cr o *Cu* (o ambos) presentes: **Color sobre mordiente.** Hervir con *H Cl* 1 : 20			
			Color completamente expulsado	Color poco o nada expulsado. Hervir con sosa cáustica 10 %		
				Fibra y solución violeta pálido	Solución parda fibra inalterada	
9	10	11	12	13	14	15
Pardo helindona G, pardo ciba, pardo tioíndigo	Primulina desarrollada con la metafenilendiamina, tierra cocida, etc.	Catú immedial, pardos: katígeno, pirógeno, tiógeno, crosdye, etc.	Antragalol, pardo de antraceno, pardo de alizarina	Anaranjado de alizarina sobre mordiente de Cr, rojo de alizarina o purpurina sobre Cr	Catecú	Marrón indantreno, pardo algol, pardos leucol, pardo cibanona, pardo paramina (p-fenilendiamina oxidada sobre la fibra)

TABLA LXIX

Colorantes negros y grises sobre algodón

Hervir con amoníaco diluído al 1 %

	El color no es expulsado. Hervir con ácido clorhídrico diluído (1 : 5)														
	El color es expulsado			El color no es expulsado o sólo un poco. Hervir un minuto con sosa cáustica salada, lavar y hervir con agua y con ácido clorhídrico diluído 1 : 20		No se obtiene un extracto ácido colorado precipitable por el tanino. Hervir con hidrosulfito B X (1)								
				Mucho color es expulsado y el extracto precipita con tanino. **Color básico.** Transferir sobre lana y hervir con hidrosulfito A X		Decoloración. El color reaparece al aire ni con persulfato: *Grupo azoico.* Hervir con solución de jabón en presencia de algodón blanco mercerizado		Decoloración. El color reaparece al aire. Se desprenden vapores violeta calentando la muestra en seco en un tubo de ensayo: *Colores indigoides*	El color no cambia o sólo se modifica el matiz, volviéndose pardo, marrón, etc.					
						El algodón blanco queda teñido. Buscar el *Cr* o el *Cu* en las cenizas		El algodón blanco no es teñido. El color es expulsado por ebullición con piridina. *Color azoico insoluble*		El color reducido es pardo, pero se vuelve rápidamente negro al aire. *Grupo de la acina, oxacina o tiacina.* Prueba con el acetato de plomo		El color reducido es pardo y se vuelve lenta e imperfectamente negro al aire; rápidamente con persulfato. Presencia de *Cr* en las cenizas: *Color naftalínico sobre mordiente*	El color no cambia o varía muy poco por reducción: *Grupo del antraceno.* Investigar el *Cr* en las cenizas	
El color es expulsado: **Color ácido** Transferido sobre lana, por ebullición con hidrosulfito AX, es decolorado de modo permanente: *Grupo azoico*	Fibra y solución incoloras	Solución anaranjada. Presencia de *Fe* en las cenizas	Solución roja. Presencia de *Cr* en las cenizas	Decoloración. El color reaparece al aire: *Grupo de la acina, oxacina o tiacina*	El color se vuelve rojo antes de desaparecer. Al aire se vuelve violeta o azul violeta: *Grupo azoico de la safranina*	Ausencia de *Cr* o *Cu*: *Color salino azoico*	Presencia de *Cr* o *Cu*: *Color salino azoico tratado después del tinte*			Se desprende H_2S. La fibra se vuelve incolora o de color agamuzado pálido por ebullición con la solución de hipoclorito de cal: *Color al azufre*	No se desprende H_2S. La fibra se vuelve pardo-rojiza por ebullición con la solución de hipoclorito de cal: *Un negro de oxidación*		Presencia de *Cr*: *Color de antraceno sobre mordiente*	Ausencia de *Cr*: *Color tina derivado del antraceno*
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Negros naftol, negros naftilamina, negro palatino, etc	Tanato de hierro	Negro de campeche sobre mordiente de hierro	Negro de campeche sobre mordiente de cromo, negro reducido	Gris metileno, gris metileno nuevo, gris sólido nuevo, nigrosina, etc.	Negro janus, gris janus, gris diacina	Negros de las series: diamina, oxidiamina, benzo, colombia, dianilo, pluto, etc. Negros djazo, diaminógeno, etc. (desarrollados o copulados)	Los precedentes tratados con sales de cobre o de cromo	Negro azóforo, etc.	Gris ciba G y B	Negros: immedial, katígeno, pirógeno, tiógeno, tionol, pirol, cross-dye, sulfur, etc.	Negros: al prusiato, de anilina antiguo, de anilina en baño único, de anilina al vapor, difenílico	Naftazarina S, negro de alizarina S, negro azul de alizarina S W, naftomelano	Negro de alizarincianina, negro-azul de alizarina B	Gris indantreno, negro indantreno, negro cibanona, negro helindona

(1) El negro al cromo (*By*) se vuelve pardo claro por reducción con el hidrosulfito B X; con persulfato el color se vuelve pardo obscuro, pero no negro.—Col. 13: El negro de alizarina S (M) reaparece rápidamente después de la reducción y da la reacción de los colores al azufre con cloruro estannoso. Tal comportamiento de ese color puede inducir a hacerlo comprender en la Col. 11.

8. Determinación cuantitativa del índigo sobre las fibras. — La determinación cuantitativa del índigo sobre las fibras puede efectuarse por los siguientes métodos:

a) SOBRE LANA (Método de Green, Gardner, Lloyd y Frank) (1).

El índigo es extraído con piridina, a una temperatura correspondiente a la de ebullición del disolvente en extractor de Lloyd, representado en la figura 105. Este extractor está constituído por un manguito externo *D* a cuyo interior va adaptado un tubo *A* que contiene el tejido o el hilado en examen. El manguito *D* está enlazado por la parte inferior al matraz *B* que contiene el disolvente y por arriba a un condensador de aire o de agua *C*. El tubo interior *A* puede ser de tres formas distintas, *a*, *b*, *c*; se emplea una u otra según se preste mejor para el tipo de producto en examen. La forma *c* es la más usada por ser la que se presta para la mayor parte de los tipos de tejidos. Las formas *b* y *c* llevan soldadas a su superficie exterior algunas bolas de vidrio con objeto de permitir el paso de los vapores de piridina.

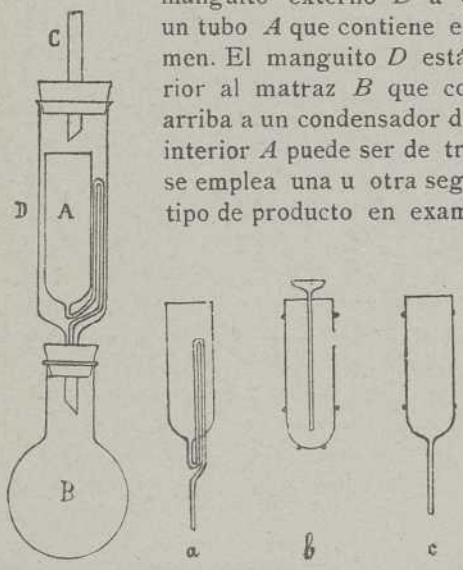


Fig. 105.

La determinación se lleva a cabo del siguiente modo: 3 a 15 gr de la muestra en examen, o sea un peso que venga a contener aproximadamente 0,03 a 0,10 gr de índigo, se ponen con cuidado en el tubo interno *A* sin comprimirlos. En el caso de tejidos muy abatanados y gruesos es también conveniente reducirlos, antes de pesarlos, a pequeños pedazos. Cuando se emplea el tubo interno *A* de forma *c* se pone ante todo en su fondo un poco de lana blanca o de algodón y sobre él se coloca la muestra en examen de modo que el paso del disolvente condensado se pueda verificar luego regularmente, o sea ni demasiado rápido ni demasiado lento, de suerte que siempre una pequeña capa de líquido cubra la muestra en examen.

El matraz *B* que contiene la piridina se calienta sobre tela metálica o baño de aire. La extracción se suspende cuando la piridina gotea incolora, lo que requiere un tiempo distinto según el tipo de producto en examen. En general son suficientes dos horas de extracción; en el caso de tejidos gruesos o muy enfurtidos se llegan a

(1) A. G. GREEN: *The analysis of Dyestuffs*, 1916, págs. 79 y sigs.

necesitar cuatro. En estos últimos casos es a veces conveniente suspender momentáneamente la extracción al cabo de una hora, remover la muestra en el tubo *A* y volver a comenzar la extracción.

Terminada la extracción, se destila el extracto pirídico hasta reducirlo a unos 20 ó 30 cm^3. Este residuo de la destilación se deja enfriar; de este modo una gran parte del índigo se separa en forma cristalina de color broncíneo. Para completar su precipitación se agregan 100 cm^3 de alcohol al 50 por 100, se calienta hasta la ebullición y se filtra a través de un crisol de Gooch preparado con papel de filtro o amianto, o bien a través de un tubo de vidrio que contenga lana de vidrio. En todo caso el filtro que se emplee se debe primero lavar cuidadosamente con los mismos líquidos que se indican a continuación para lavar el índigo que se habrá recogido en él y luego secar a 110° y pesar para conocer el peso del filtro. Terminada la filtración, que de ordinario requiere pocos minutos, especialmente si se emplea un crisol de Gooch, el índigo recogido se lava sucesivamente con alcohol caliente al 50 por 100, con solución de sosa cáustica al 2 por 100 caliente, con ácido clorhídrico diluído al 1 por 100 caliente, con agua caliente, con alcohol, y por fin con una mezcla de alcohol y éter. Se deseca a 110° y se pesa. La diferencia entre este peso y el precedente indicará el índigo que existía en la muestra sometida a la determinación. El aspecto del índigo extraído es indicio de su pureza. Debe presentarse en forma de polvo cristalino de color broncíneo y estar constituído por índigo puro; si tiene otro aspecto es indicio de presencia de impurezas.

Un método alternado de lavado del índigo recogido en el filtro se puede obtener con ácido sulfúrico al 20 por 100 frío, luego con sosa cáustica y amoníaco al 10 por 100 caliente y finalmente con agua y alcohol.

La determinación del índigo puede hacerse, además de por pesada, también volumétricamente. En este último caso el índigo extraído y precipitado del modo descrito, se recoge en crisol de Gooch provisto de un pequeño estrato de amianto. Después de lavar el precipitado con ácidos y con álcalis del modo antes indicado y después de haberlo dejado secar por algún tiempo, el crisol se pone en un vasito de vidrio que contenga 15 a 20 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado puro. El vaso de vidrio que contiene el crisol y el ácido se deja por $^1/_4$ de hora a una hora en una estufa a 70°-80°; en estas condiciones el índigo es sulfonado. La solución se diluye hasta medio litro y se valora del modo usual con permanganato potásico $^1/_{50}$ N, empleando cada vez 100 cm^3 de la solución del índigo diluída con 200 cm^3 de agua. Un cm^3 de solución de permanganato potásico $^1/_{50}$ N corresponde a 0,00147 gr de índigo (pág. 573).

La exactitud del método de determinación del índigo, mediante extracción con piridina del modo antedicho, no es disminuída por la presencia de

DIPUTACIÓN PROVINCIAL

las otras substancias colorantes que normalmente se emplean junto con el índigo en la tintura de los tejidos de lana. Esas o no son extraídas por la piridina, o si lo son no precipitan después junto con el índigo, o si también precipitan, son expulsadas mediante las lociones con ácidos, con álcalis y con alcohol. Sólo cuando se emplean junto con el índigo, como se hace alguna vez para obtener tintes rojizos, algunos bromoíndigos, éstos vendrían a ser considerados como índigo, en el caso de que el precipitado obtenido del extracto pirídico fuese determinado por pesada. Pero si la determinación del precipitado obtenido del extracto pirídico se hace después de la sulfonación con ácido sulfúrico concentrado, por vía volumétrica con permanganato potásico, los tetrabromoíndigos (azul ciba, bromoíndigo F B) no son sulfonados y por lo tanto quedan así separados.

Otros colores tina no son empleados en tintorería ni simultáneamente al índigo, ni como substitutivos suyos; todo a causa de su elevado precio.

b) SOBRE ALGODÓN Y SOBRE LINO. — Para la determinación del índigo sobre algodón y sobre lino se puede emplear el método de extracción con piridina de Green, ya descrito para los productos de lana, operando del mismo modo.

Otro método que da buenos resultados y tiene la ventaja de ser más sencillo es el siguiente de Knecht (1): 4 gr de la muestra en examen, precedentemente cortados en pequeños pedazos, se ponen en una vasija de vidrio o de porcelana en la que se vierten luego 25 cm^3 de ácido sulfúrico de 61° Bé y se agita ligeramente manteniendo la temperatura a unos 40° hasta que el tejido queda disuelto del todo, lo que requiere en general de diez a quince minutos.

La solución sulfúrica se diluye entonces con agua hasta unos 100 cm^3, y se hace hervir por algunos minutos hasta que el índigo precipitado se ha vuelto granular. Fíltrase en crisol de Gooch que contenga amianto o arena cuarzosa cubierta de un estrato de sílice que sirve como medio de filtración, y el índigo así recogido se lava con amoníaco diluído caliente y después con alcohol. Desécase a 110°-120°; se sulfona el índigo recogido con ácido sulfúrico concentrado, calentando por una hora en estufa de agua y por fin se valora con permanganato.

Los resultados que se obtienen, sea con uno o con otro de estos dos métodos de determinación, no están influídos por la presencia de colores básicos, salinos o al azufre, que a veces se emplean junto con el índigo en la tintura de los productos de algodón. Los colores tina, excepción hecha quizá del rojo tioíndigo y de los bromoíndigos, a causa de su alto precio es muy difícil que se empleen junto con el índigo en la tintura. La piridina extrae también los colores tina indigoides, los cuales vendrían por lo tanto a ser considerados como índigo si la determinación fuese hecha por pesada directa. Pero si los precipitados obtenidos de los modos ya indicados, así del extracto pirídico, como de la solución sulfúrica de la muestra en examen, son sulfonados y valorados con permanganato potásico, solamente el índigo se vuelve soluble mientras el rojo tioíndigo y los bro-

(1) *Journ. Soc. of Dyers and Colourists*, 1909, págs. 135, 160.

moíndigos quedan sin disolver y por lo tanto no resultan comprendidos en la determinación.

Cuando se trata de productos teñidos con índigo o con otras substancias colorantes, además de la determinación de la cantidad de índigo que se encuentra presente en ellos, conviene alguna vez también establecer el relativo efecto de color debido al índigo y al otro colorante empleado (1); como también se requiere la identificación del color concomitante, y su solidez a la luz, al lavado, etc.

Para identificar el color concomitante se procede del modo indicado en el párrafo 7 (Investigación de la naturaleza del tinte) teniendo presente todo lo dicho también a propósito del examen de las mezclas en la página 653. Para las pruebas de resistencia a la luz, al lavado, etc., del color concomitante, se expulsará ante todo con piridina o con cresol el índigo como ya se dijo en la página 654 y sobre la muestra así despojada del índigo se harán los ensayos que se indicarán en el siguiente párrafo.

9. Investigación de la resistencia del tinte sobre fibras. — La resistencia del tinte sobre fibras a la luz, al lavado, al roce, etc., se determina mediante las siguientes pruebas, y se refiere luego a la que presentan los tintes obtenidos con un procedimiento de tintura establecido, sobre fibra correspondiente a la que se examina, y mediante empleo de algunos colorantes de composición química conocida. Los grados de resistencia para cada prueba llegan a veces hasta cinco y en algún caso hasta ocho y van indicados con números romanos. El primero representa el menos resistente y el octavo el más resistente.

Por lo que se refiere a los tintes típicos referentes a los diversos grados de resistencia para cada prueba y el modo de preparación de cada uno de ellos, existen normas concordadas entre asociaciones industriales y fábricas de colores con objeto de llegar a la unificación de criterios para designar la solidez en el tinte y en el estampado (2).

A continuación se exponen las diversas pruebas que hay que hacer y el modo como deben verificarse, señalando los diversos grados de solidez para cada prueba.

a) SOBRE ALGODÓN.

1. *Resistencia a la luz.* — Las pruebas deben llevarse a cabo bajo cristal y al aire libre y se refieren siempre a la duración de la exposición y a la época en que se han verificado las pruebas.

La prueba bajo cristal se lleva a cabo del siguiente modo: Un pedazo de la muestra en examen se extiende sobre un bastidorcito especial de madera, se cubre con un cartón blanco por una cara y negro por la otra en cuya parte central se habrá practicado un orificio circular de unos ocho centímetros de diámetro, poniendo la parte negra del cartón en contacto de la muestra en examen. Se cubre el

---

(1) A. G. GREEN: *The analysis of Dyestuffs*, 1916, pág. 85 y sig.
(2) *Ind. tessile e tintoria*, 1914, págs. 62 y sig.

cartón con un vidrio y se le expone a la luz en lugar abierto, pero protegido contra la intemperie.

Para la prueba al aire libre se envuelve un pedazo de la muestra por mitad en papel negro y se expone a la luz en lugar abierto y protegido contra la intemperie.

En uno y otro caso se observa cada 7 u 8 días, durante un mes, el color de la parte descubierta de la muestra, comparándolo con el de la parte cubierta. De este modo se podrá establecer el grado de resistenciá a la luz del tinte de la muestra en ensayo.

Cuando se hagan pruebas de confrontación simultáneas y en las mismas condiciones experimentales, con las muestras de algodón teñidas con los colorantes típicos indicados, se podrá ver a cuál de los ocho grados típicos de resistencia se aproxima más el tinte de la muestra en examen.

En algún caso, por ejemplo para entregas a base de estipulaciones, la prueba se hace en confrontación con una muestra tomada expresamente como tipo del producto estipulado.

2. *Resistencia al lavado y a la ebullición del algodón teñido respecto al algodón blanco.—a)* La muestra, trenzada con igual cantidad de algodón blanco, lavado, se trata por media hora en un baño (50 veces el peso de la muestra) formado por una solución de jabón de Marsella que contenga 2 gr de jabón por litro y mantenido a 40° C. Luego se quita por diez veces del baño, se arrolla entre los dedos, sumergiéndolo cada vez de nuevo en el baño; por fin se lava y seca. Los grados de resistencia en esta prueba se clasifican como sigue: I, el tinte se vuelve algo más claro, el algodón blanco se tiñe; II, el tinte inalterado, el algodón blanco queda poco o nada teñido.

b) La muestra, trenzada con una cantidad igual de algodón blanco lavado, se hace hervir por media hora en una solución de 3 gr de jabón de Marsella y 3 gr de sosa calcinada por litro; se hace enfriar el baño hasta 40° y se deja la muestra a esta temperatura por media hora, para tratarla luego como en *a,* Los grados de resistencia en esta prueba se clasifican así: III, los tintes se vuelven ligeramente más claros, el algodón blanco se tiñe sólo débilmente; IV, los tintes quedan invariables, el algodón es sólo débilmente teñido; V, los tintes quedan inalterados y el algodón blanco.

3. *Resistencia al agua.*—La muestra se trenza con algodón blanco lavado, lana zefir lavada y seda blanca, de modo que por cada dos partes de material teñido haya una parte del blanco. Pónese por una hora en agua destilada a 20° C (40 veces el peso de la muestra), se exprime y se seca. Los grados de resistencia en esta prueba están clasificados como sigue: I (con un solo tratamiento), tinte palidecido, blanco teñido; III (con un solo tratamiento), tinte y blanco inalterados; V (con tres tratamientos consecutivos), tinte y blanco inalterados.

4. *Resistencia al frote.*—La muestra se frota 10 veces por uno y otro lado enérgicamente con un pedazo de tejido de algodón blanco, mantenido tenso entre los dedos y se observa luego si el algodón blanco queda teñido y en que grado. Para esta prueba no se establecen tipos.

5. *Resistencia al planchado.*—La muestra se cubre con un tejido fino de algodón blanco no aprestado, humedecido con agua destilada; se estira con una plancha caliente hasta que el tejido de algodón queda seco. La plancha debe estar caliente de modo que pasada sobre un pedazo de tejido de lana, éste comience a quemarse ligeramente. Los grados de resistencia en esta prueba están clasificados como sigue: I, tinte alterado, algodón blanco teñido; III, tinte algo alterado, algodón blanco intacto; V, tinte y algodón blanco inalterados.

JUNTA DE INTERCAMBIO Y ADQUISICIÓN DE LIBROS Y REVISTAS PARA BIBLIOTECAS PÚBLICAS

6. *Resistencia al azufre.*—La muestra se trenza con lana zefir blanca lavada, mojada en una solución de 5 gr de jabón de Marsella en 1 litro de agua, se exprime y se deja por 12 horas en un local lleno de anhídrido sulfuroso obtenido quemando un exceso de azufre. Los grados de resistencia en esta prueba se clasifican así: I, tinte alterado, blanco teñido; III, tinte ligeramente alterado, blanco inalterado; V, tinte y blanco inalterados.

7. *Resistencia al sudor.*—La muestra se trenza con una cantidad igual de algodón blanco lavado y se deja por diez minutos en una solución que contenga 5 gr de acetato de amonio neutro en 5 litros de agua destilada mantenida a la temperatura de 80° C, y después se seca sin aclarar. Los grados de resistencia en esta prueba están clasificados así: I, tinte más claro, blanco fuertemente teñido; III, tinte inalterado, blanco teñido; V, tinte y blanco inalterados.

8. *Resistencia a los alcalis (polvo y barro).*—Se moja la muestra con un líquido preparado del siguiente modo: 10 gr de cal viva, 10 gr de amoníaco al 24 por 100 en 1 litro de agua; se exprime y se seca sin lavar. Los grados de resistencia en esta prueba están clasificados como sigue: I, tinte fuertemente alterado; III, tinte algo alterado; V, tinte inalterado.

9. *Resistencia a los ácidos.*—Se moja la muestra con ácido sulfúrico al 10 por 100 y con ácido acético al 30 por 100 y se compara el color con el de otro pedazo de la muestra mojado con agua. Los grados de resistencia en esta prueba están clasificados así: I, alteración fuerte con ácidos minerales, débil con ácidos orgánicos; III, alteración fuerte con ácidos minerales, nula con ácidos orgánicos; V, ninguna alteración ni con ácidos minerales ni con ácidos orgánicos.

10. *Resistencia al cloro.*—Se trenza la muestra con una cantidad igual de algodón blanco lavado, se moja en agua caliente, se deja una hora en un baño de hipoclorito de cal al 1 por 1000 de

cloro activo recién preparado, o bien en una solución de hipoclorito de sosa que contenga 1 gr de cloro activo por litro, y 0,3 gr de sosa por litro. Se enjuaga, se acidifica, se lava, se exprime y se seca. Los grados de resistencia en esta prueba están clasificados como sigue: I, con hipoclorito de sosa: tinte más claro, blanco teñido; con hipoclorito de cal: tinte mucho más claro, blanco teñido; II, con hipoclorito de sosa: tinte alterado, blanco inalterado; con hipoclorito de cal: tinte profundamente alterado, blanco inalterado; III, tinte alterado (mucho más con el hipoclorito de cal), blanco inalterado; IV, blanco inalterado, tinte más claro sólo con hipoclorito de cal; V, tinte y blanco inalterados.

11. *Resistencia a la mercerización.*—Se cose la muestra en examen con algodón blanqueado no aprestado, se deja 5 minutos sumergido en sosa fría de 30° Bé, se lava, se acidifica, se lava a fondo y se seca. Los grados de resistencia en esta prueba están clasificados como sigue: I, tinte ligeramente alterado, blanco algo teñido; III, tinte inalterado, blanco ligeramente teñido; V, tinte y blanco inalterados.

Para las pruebas de resistencia de los productos de lino, de cáñamo, de ramio y de yute no hay normas precisas como para los de algodón. Pero en general sobre los productos de lino, de cáñamo y de ramio se realizan, procediendo de modo semejante al descrito, gran parte de las pruebas indicadas para los productos de algodón. Para los productos teñidos de yute ordinariamente sólo se ensaya si soportan la acción del agua sin desteñirse.

b) SOBRE LANA.

1. *Resistencia a la luz.*—La prueba se hace como para el algodón. También se dan en este caso ocho grados de resistencia.

2. *Resistencia al lavado de lana teñida respecto a la lana y al algodón.*—La prueba se verifica de dos modos: *a*). Se trenza la muestra en examen con iguales cantidades de lana zefir blanca lavada y de algodón blanco lavado, se trata por $^1/_4$ de hora a 40° en un baño (50 veces el peso de la muestra) que contiene por cada litro 10 gr de jabón de Marsella perfectamente neutro y 0,5 gr de sosa calcinada; se exprime luego a mano y se enjuaga; *b*) Se procede como en *a* pero calentando a 80°.

Los grados de resistencia respecto a la lana en esta prueba se clasifican del siguiente modo: I (tratamiento *a*), fuerte alteración del tinte, lana blanca fuertemente teñida; II (tratamiento *a*), ninguna alteración del tinte, blanco no teñido; V (tratamiento *b*), ninguna alteración del tinte, blanco poco o nada teñido. Los grados de resistencia en esta prueba respecto al algodón están clasificados como sigue: I (tratamiento *a*), el algodón blanco queda fuertemente teñido; III (tratamiento *a*), el blanco no es teñido; V (tratamiento *b*), el blanco no es teñido.

3. *Resistencia al agua.*—La prueba se efectúa como para los tejidos teñidos de algodón, pero dejándolos sumergidos por 12 horas. Los grados de resistencia en esta prueba están clasificados como sigue: I (con un tratamiento), tinte debilitado, blanco teñido; III (con un tratamiento), tinte y blanco inalterados; V (con tres tratamientos), tinte y blanco inalterados.

4. *Resistencia al roce.*—Como para el algodón.

5. *Resistencia al planchado.*—Se prensa la muestra en examen por diez minutos con una plancha, caliente de modo que pasándola sobre un pedazo de lana no llegue a quemarlo. Los grados de resistencia de esta prueba están clasificados así: I, tinte muy alterado, el tono primitivo no reaparece más que poco a poco o incompletamente; III, tinte algo alterado, por enfriamiento reaparece rápidamente el tono primitivo; V, ninguna alteración.

6. *Resistencia al azufre.*—La prueba se efectúa como para el algodón. Los grados de resistencia en esta prueba están clasificados así: I, tinte algo alterado, blanco ligeramente teñido; III, tinte ligeramente alterado, blanco intacto; V, tinte y blanco inalterados.

7. *Resistencia al sudor.*—La prueba se hace de dos modos: *a*) Se baña la muestra en examen con una solución de 10 gr de sal de cocina en agua destilada y se deja luego secar a temperatura ordinaria. Los grados de resistencia respecto a esta prueba están clasificados así: I, tinte fuertemente alterado; III, tinte algo alterado; V, ninguna alteración.

b) La prueba se efectúa como para el algodón con acetato de amonio, pero la muestra en examen se trenza con igual cantidad de lana zefir y de algodón blancos. Los grados de resistencia respecto a esta prueba se clasifican así: I, tinte ligeramente alterado, algodón y lana teñidos; III, tinte y algodón inalterados, lana poco teñida; V, tinte, lana y algodón inalterados.

8. *Resistencia a los álcalis (polvo y barro).*—La prueba se efectúa como para el algodón. Los grados de resistencia en esta prueba se clasifican así: I, fuerte alteración; III, tinte algo alterado; V, ninguna alteración.

9. *Resistencia al hervido con acidos.*—La muestra en examen se trenza con lana zefir blanca, se trata por una hora y media a 90°-92° C en un baño (70 veces el peso de la muestra) formado por una solución en agua destilada de bisulfato sódico al 0,25 por 100, se lava y se seca. Los grados de resistencia en esta prueba son clasificados como sigue: I, tinte poco alterado, blanco teñido; III, tinte inalterado, blanco poco teñido; V, tinte y blanco inalterados.

10. *Resistencia al abatanado.—a*) Enfurtido neutro: La muestra en examen se trenza con igual cantidad de lana o de algodón blancos, se trata a 30° C en un baño (40 veces el peso de la muestra) que contiene 20 gr de jabón de Marsella por cada litro de agua destilada.

Se estruja la muestra con las manos en el líquido, dejándola allí por dos horas, luego se lava y se seca.

b) Enfurtido alcalino: Tratamiento como en *a*, pero a 40° C y con un baño que contenga 20 gr de jabón de Marsella y 5 gr de sosa Solvay por cada litro de agua destilada.

Los grados de resistencia en estas pruebas se clasifican como sigue: Respecto a la lana blanca: I (tratamiento *a*), tinte alterado, lana teñida; II (tratamiento *a*), pequeña alteración del tinte, lana teñida; III (tratamiento *a*), tinte muy poco o nada alterado, blanco inalterado; IV (tratamiento *b*), ninguna alteración del tinte, blanco poco teñido; V (tratamiento *b*), ninguna alteración en el tinte ni el blanco. Respecto al algodón blanco: I (tratamiento *a*), algodón blanco fuertemente teñido; II (tratamiento *a*), algodón blanco poco teñido; III (tratamiento *a*), algodón blanco no teñido; IV, (tratamiento *b*) algodón blanco muy poco teñido; V (tratamiento *b*), algodón blanco no teñido.

11. *Resistencia a la carbonización.*—La muestra se deja por media hora en ácido sulfúrico a 5° Bé, se exprime y se deseca por una hora a 80° C. Se lava por un cuarto de hora con una cantidad 200 veces mayor de agua destilada y luego se exprime; o se trata por un cuarto de hora con una solución de sosa al 2 por 1000 y luego se lava a fondo. Los grados de resistencia en esta prueba están clasificados así: I, tinte fuertemente alterado; III, pequeña alteración del tinte; IV, ninguna alteración del tinte.

12. *Resistencia al agua del mar.*—Trénzase la muestra en examen con una cantidad igual de lana blanca y se deja sumergida por 24 horas en un baño que contenga 30 gr de sal y 6 gr de cloruro de calcio por litro. Los grados de resistencia en esta prueba se clasifican así: I, tinte poco alterado, blanco fuertemente teñido; III, tinte muy poco alterado, blanco poco teñido; V, tinte y blanco inalterados.

c) Sobre seda.—Para la seda no se tienen normas precisas referentes a la investigación de la resistencia del tinte, como se tienen, en cambio, para el algodón y para la lana. De ordinario, para los productos séricos teñidos se efectúan las siguientes pruebas:

1. *Resistencia a la luz.*—Como para el algodón.

2. *Resistencia al agua.*—La seda teñida, seca, se mantiene por algunos días inmergida en el agua destilada, y luego se observa si el tinte se ha alterado.

3. *Resistencia al jabón.*—La seda teñida se trenza con lino o con algodón blanco y se sumerge en un baño de jabón (jabón blanco de Marsella 10-15 gr por litro), calentado a 40°-45°, por 10 minutos, luego se lava con agua caliente y se seca.

4. *Resistencia a los ácidos.*—Se hace la prueba con un baño que contenga 1 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado en 1 litro de agua, calentando a unos 40° y a la ebullición por media hora.

5. *Resistencia al apresto.*—Se prueba para aquellos tejidos que deben someterse a la calandradura en caliente o a la máquina de gas para chamuscar el pelo. Se hace pasar la muestra por 4-5 veces, sobre una llama, o bien se hace escurrir lentamente por la superficie de un tubo dentro del cual pasa vapor de agua, y se observa si hay alteración en el color del tejido.

10. Investigación de la naturaleza de la impermeabilización.—Los tejidos se vuelven hidrófugos o impermeables de varias maneras:

a) Mediante imbibición con substancias grasas, oleaginosas o alquitranosas (tejidos engrasados o alquitranados) y otras análogas.

b) Por inmersión en baños apropiados capaces de determinar luego, a consecuencia de tratamientos especiales, la formación de compuestos insolubles sobre los elementos que constituyen el tejido, hasta volverlo hidrófugo o impermeable (impermeabilización al acetato de aluminio o de cobre, al tanato de aluminio, con jabones grasos o resinosos de aluminio o de cobre o de hierro; con ácidos grasos).

c) Embadurnándolos con una capa de goma elástica por una o por ambas caras del tejido, o bien reuniendo entre sí dos tejidos mediante una capa de goma elástica (tejidos engomados).

d) Embadurnando una o ambas caras del tejido con una capa de una masa pastosa, susceptible de secarse en un tiempo relativamente breve, a base de substancias cerosas o parafínicas o de aceites secantes; o bien a base de las más variadas mezclas de dichas substancias con goma elástica, resina, aceite de ricino, yeso, sulfato de bario, caolín, talco óxido de hierro, negro de humo, etc. (tejidos encerados y semejantes).

e) Cubriendo una o ambas caras de un tejido con una capa uniforme más o menos gruesa de nitrocelulosa y alcanfor adicionados a veces con aceite de ricino y con substancias colorantes del alquitrán, o bien con substancias aptas para comunicar un aspecto opaco, como por ejemplo el óxido de zinc, el blanco mineral (tejidos pegamoidados y semejantes).

Para la investigación de la impermeabilización se debe ante todo atender a los caracteres externos del tejido en examen. Si la impermeabilización se obtuvo con los procedimientos señalados en *a* y en *b*, los tejidos presentan más o menos claramente los hilos de urdimbre y de trama que los constituyen, y aparece también su trenzado; en cambio si la impermeabilización fué obtenida por los métodos indicados en *c*, en *d* y en *e*, el estrato que cubre una o ambas caras impide poder distinguir los hilos que concurren a formar el tejido, y por lo tanto su trenzado. La única aparente excepción, a este respecto, está constituida por los tejidos impermeables obtenidos por superposición de dos tejidos unidos entre sí por una capa interna de goma elástica. Además del aspecto, también el olor puede dar indi-

cios acerca del género de impermeabilización; recónócese, en efecto, claramente el olor de goma elástica en los tejidos engomados, y el de alquitrán en los alquitranados, como también se advierte de ordinario, cuando están recién preparados, el olor de alcanfor en los tejidos pegamoidados, especialmente cuando se frotan con los dedos.

Después de este examen sumario de los caracteres exteriores del tejido se procede al examen químico. Pero convendrá distinguir los siguientes casos:

1. TEJIDOS CUYO APRESTO NO IMPIDE VER LOS HILOS DE TRAMA Y DE URDIMBRE Y SU ENTRELAZADO (aceitados, alquitranados, impregnados de grasa de lana o de ácidos grasos, impermeabilizados al acetato de aluminio o de cobre o al tanato de aluminio, con jabones o con resinatos de aluminio, de cobre o de hierro).

a) Un pedazo del tejido en examen se hace hervir con reflujo sucesivamente con éter, con tetracloruro de carbono, con benzol, con alcohol, cesando al advertir que en uno de los tratamientos enumerados haya pasado al disolvente la substancia impermeabilizante. Esto se comprobará inspeccionando si el tejido tratado del modo antedicho y bien secado al aire ha perdido totalmente, o al menos en parte, su impermeabilidad, como también evaporando al baño maría en cápsula de porcelana el extracto obtenido y examinando el residuo de la evaporación. Este deberá, en caso afirmativo, estar constituído por aceite, o por grasa, o por alquitrán, o por ácidos grasos.

b) Si en los ensayos mencionados se obtuvieran resultados negativos, se incinera otro pedazo de tejido, y tomando por base el color o el comportamiento al análisis químico de las cenizas obtenidas se deducirá la presencia o ausencia en ellas de aluminio, de cobre o de hierro. Luego se hace hervir otro pedazo de tejido con éter acidulado con ácido clorhídrico; el líquido ácido que así se obtiene se pasa a un separador y se recogen aparte el extracto ácido y el extracto etéreo. En el primero se confirma la presencia o ausencia del aluminio, del cobre o del hierro precedentemente hallados en las cenizas; el segundo se evapora al baño maría, en cápsula de porcelana, y si se obtiene un residuo se examina con objeto de ver si está constituído por ácidos grasos, o por resina, o por tanino. En los casos afirmativos en ambas investigaciones se deducirá que la impermeabilización fué obtenida con jabón o con resinato de aluminio, o de cobre, o de hierro, o con tanato de aluminio. Si en el examen de las cenizas o del líquido ácido se halló cobre o aluminio y en la evaporación del extracto etéreo no se obtiene un residuo apreciable, se deducirá que la impermeabilización se obtuvo a base de acetato de aluminio o de cobre. En ambos casos el pedazo de tejido tratado del modo descrito habrá perdido totalmente, o al menos en parte, su impermeabilidad.

2. TEJIDOS CUBIERTOS POR UNA O POR AMBAS CARAS CON UNA

CAPA DE APRESTO QUE OCULTA LOS HILOS DE TRAMA Y DE URDIMBRE Y SU CORRESPONDIENTE ENTRELAZADO (engomados, pegamoidados, vueltos impermeables con aceites fuertemente secantes).

a) Por lo que se refiere a los tejidos engomados, éstos presentan un olor y un aspecto tan característicos que bastan por sí solos para reconocerlos. Cuando se desee separar la capa de goma para poner por ejemplo al descubierto el tejido a fin de investigar la naturaleza de la fibra que lo constituye o de determinar las fibras que concurren a formarlo, se opera del siguiente modo:

Se tiene sumergido aproximadamente por una hora al baño maría un pedazo del tejido en una mezcla en partes iguales de benzol y de esencia de trementina. El estrato engomado se reblandece e hincha, de modo que resulta fácil expulsarlo rascándolo con un cuchillo. A fin de completar la separación se inmergerá repetidamente el tejido en dicho disolvente caliente y renovado de vez en cuando.

b) Para confirmar que se trata de tejido pegamoidado, cuyo aspecto y olor ya habrán puesto sobre aviso, se procede de los siguientes modos:

1. Si se trata de tejidos pegamoidados no teñidos, se dejan caer sobre ellos algunas gotas de ácido sulfúrico concentrado, en que se habrá disuelto una pequeña cantidad de difenilamina: se producirá una mancha azul (reacción de los nitro compuestos).

2. Para los tejidos pegamoidados teñidos se podrán verificar los siguientes ensayos:

Según Perrin (1) se hace hervir, con reflujo, un pedazo de tejido con 30-40 cm^3 de éter acético; fíltrase el líquido y se agrega 4-5 veces su volumen de cloroformo. La nitrocelulosa precipita así en forma de copos; se recoge sobre filtro y se caracteriza por el modo de arder o tratándola con ácido sulfúrico y difenilamina (coloración azul). En el líquido etéreoclorofórmico se puede buscar el aceite graso (generalmente aceite de ricino); mientras las substancias minerales insolubles se pueden analizar aparte. Algunos tipos de tejidos pegamoidados tratados del modo antedicho no dan precipitado alguno con el cloroformo; pero evaporando el líquido etéreoclorofórmico se obtendrá en estos casos un residuo en forma de película brillante de nitrocelulosa, que arde rápidamente si se aproxima a una llama.

Si se introduce por cierto tiempo un pedazo de tejido pegamoidado en una mezcla de alcohol y éter, el estrato de pegamoide se destaca y entra en disolución, excepto las substancias minerales, que pasan al fondo del vaso. Evaporando al baño maría, después de la filtración, el líquido alcohólico etéreo, se obtendrá una película brillante de nitrocelulosa, que arde rápidamente.

---

(1) *Monit. scientif.* 1898, pág. 876.

c) Por lo que se refiere a los tejidos encerados se debe notar que los tejidos que se hallan hoy en el comercio bajo este nombre no tienen de ordinario nada más que el aspecto de común con los tejidos verdaderamente encerados, cuya fabricación se puede decir que está casi completamente abandonada. Los tejidos encerados que actualmente se hallan en el comercio y que están constituídos por fibras vegetales, tienen la capa que los reviste formada de aceites vueltos fuertemente secantes, mezclados de ordinario con substancias minerales. Estos tipos de tejidos presentan un olor de substancias aceitosas. El estrato de apresto de los tejidos impermeabilizados con aceites fuertemente secantes no es de ordinario expulsado por los disolventes comunes. Para expulsarlo hay que hacer hervir el tejido con sosa cáustica al 10 por 100 y alcohol. Acidificando luego con ácido clorhídrico el líquido alcalino así obtenido se pondran en libertad los ácidos grasos, que podrán ser extraídos con éter en separador. Filtrando el estrato etéreo quedarán sobre el filtro las substancias minerales empleadas como carga o como colorante, y evaporando luego al baño maría el filtrado, en cápsula de porcelana, se obtendrán como residuo los ácidos grasos.

11. Investigación de la permeabilidad para el agua.—La impermeabilidad para el agua en los tejidos se ensaya por los siguientes métodos:

a) PRUEBA A LA BOLSA.—Córtase en un punto privado de defectos medio metro cuadrado de tejido y se ata por los cuatro vértices, mediante bramante, a un bastidor apropiado de madera, de modo que venga a formar una suerte de bolsa, en la que se vierte agua, hasta formar una capa de altura dada que está en relación con el uso a que el tejido deberá destinarse. Para ciertos paños por ejemplo, se suele hacer que el agua alcance en el punto más profundo de la bolsa 75 milímetros; en otros casos, para telas de velamen y de toldos, se suele alcanzar una altura de 100 milímetros. El tiempo de prueba es de ordinario 24 horas, durante el cual, si la impermeabilización del tejido es perfecta, el agua no debe haber goteado a su través. Una simple trasudación del agua a las 24 horas en la cara inferior del tejido en prueba no es suficiente para autorizar a considerarlo como mal impermeabilizado. A veces, después de la primera prueba, el tejido se deja secar y luego se somete a una segunda y a una tercera prueba.

b) PRUEBA AL EMBUDO.—Cuando no se tenga a disposición cantidad suficiente de tejido para la prueba expuesta, se dispone el tejido en un embudo de vidrio, como si se tratase de un filtro de papel, y se vierte en el agua. Obsérvase si el agua ha goteado a través del tejido en el término de 24 horas.

c) PRUEBA A LA BURETA.—Se cierra perfectamente un extremo de un tubo de vidrio graduado del diámetro de las buretas comunes

mediante un pedazo del tejido en examen; se vierten luego en el tubo 10 ó 20 ó 30 cm^3 de agua según los casos; se cierra el otro extremo del tubo y se observa si el agua gotea a través del tejido en el término de 24 horas y, si en efecto gotea, la cantidad que pasa.

Los resultados obtenidos en cada una de las tres pruebas señaladas dependen siempre de la altura del agua que se halla sobre el pedazo del tejido en examen, la cual determina sobre el mismo una correspondiente presión (1), como dependen también de la temperatura del agua empleada y del ambiente en que la prueba se lleva a cabo.

d) PRUEBA A LA LLUVIA.—En algunos casos es útil conocer la impermeabilidad de un tejido sometido a una lluvia de agua, midiendo el tiempo al cabo del cual el agua pasa a través del tejido, o bien viendo si al cabo de cierto tiempo el agua ha pasado. La prueba puede ser, por ejemplo, realizada del siguiente modo: Un pedazo de la muestra en examen se tiende en forma de tambor sobre un recipiente de forma cúbica de 40 cm de lado, seco por dentro, y de modo que no permita infiltración del agua más que a través del tejido. Se da al recipiente una inclinación de 25° y en la parte central del tejido se hace caer por tres horas consecutivas un chorro de agua de 2 metros de altura, con caudal de tres litros por minuto, y que forme sobre el tejido una rosa de unos 30 cm de circunferencia. Al final del experimento ninguna cantidad de agua, ni aun mínima, deberá haber atravesado el tejido si la impermeabilidad es perfecta.

Se han propuesto también otros aparatos para hacer más fácil la determinación del grado de impermeabilidad de los tejidos al agua estancada, a la lluvia y al aire (2).

12. Determinación del grado de imbibición.—Pésase un decímetro cuadrado del tejido en examen después de haberlo tenido por 12 horas en un local mantenido a la humedad relativa de 65°. Suspéndese por un ángulo y se carga por el opuesto mediante un peso de 20 gr sostenido por un gancho. En estas condiciones se sumerge por un tiempo determinado, por ejemplo por 5 ó 10 minutos, en un baño de agua a 18° C. Transcurrido ese tiempo, se eleva por encima del nivel del agua, se descarga del peso y se deja gotear por 15 minutos exactos y se pesa. El aumento de peso referido a 100 gr de tejido da el poder de imbibición correspondiente a las mencionadas condiciones de prueba.

Otras veces la prueba de imbibición se hace exponiendo por una

---

(1) Por cuanto se refiere a las pruebas de impermeabilidad al agua de los tejidos bajo presión, véase P. HERRMANN: *Mechanisch und physikalisch-technische Textil-Untersuchungen*, Berlín 1912, pág. 235.

(2) Véase G. A. LE ROY: L'espertise de l'imperméabilisation des tissus, *Annales des falsifications*, n. 85 y 86, noviembre-diciembre 1915.

hora medio metro cuadrado del tejido, precedentemente pesado después de haberlo tenido doce horas en ambiente mantenido a 65° de humedad relativa, a una lluvia de agua del modo indicado a propósito de la investigación de la impermeabilidad a la lluvia. El pedazo de tejido así tratado se deja suspendido por un ángulo para dejarlo gotear por quince minutos y después se pesa. El aumento de peso correspondiente a 100 gr de tejido da su poder de imbibición en este ensayo.

Los resultados que se obtienen son siempre relativos al modo con que se efectúa la prueba.

13. Investigación y determinación de la carga de las sedas.—La seda común se recarga de apresto y color a veces en cantidades considerables, a fin de aumentar, en lo posible, el peso. La adición de substancias extrañas a la seda para obtener dicho fin constituye precisamente lo que se llama Carga de la seda.

La seda puede ser teñida y cargada en crudo, en souple o suavizado, en cocido; además, en lo que respecta a la cantidad de la carga, se tienen las sedas cargadas ligeras, las cargadas peso por peso y las sedas cargadas. En las primeras no se alcanzó en el producto cargado el peso que tenía el producto crudo; en las segundas se alcanzó exactamente; en las terceras fué superado.

Las substancias cargantes más usuales a reconocer son: El óxido de estaño libre o combinado con el ácido fosfórico o con la sílice, el óxido de hierro libre o combinado con el cianógeno o con el tanino, los óxidos o las sales de aluminio, de zinc, de magnesio; como también, aunque menos frecuentes, el ácido túngstico y sus sales, el sulfato de bario, las sales de plomo y de antimonio, el óxido de cromo, etc. Para algunas sedas se emplean substancias amiláceas, dextrina, glucosa, glicerina, substancias oleaginosas y análogas, que más que una verdadera carga forman una especie de apresto que tiene a veces por objeto hermosear, avivar y hacer más suave al tacto la seda.

INVESTIGACIÓN CUALITATIVA DE LA NATURALEZA DE LA CARGA.—Para conocer la naturaleza de las substancias que constituyen la carga de una seda se pueden hacer los siguientes ensayos:

El tejido seco se agota primero con éter o con éter de petróleo, y en el extracto etéreo se buscan las substancias grasas. Después se calienta con agua, que expulsa la glucosa, la glicerina, la dextrina, la goma, las sales metálicas solubles (cloruro de calcio, sulfato de magnesio, sulfato de potasio) y en parte también la cola, el almidón y algunas sales de plomo, a veces contenidas en la carga; en el líquido acuoso se buscan, por los métodos comunes, estas substancias. Luego se trata con solución de carbonato sódico al 2 por 100, calentando a unos 40°; con esto entran en disolución las substancias tánicas, la cola, pequeñas cantidades de antimonio, estaño, y parte del ácido túngstico, mientras se ataca también el azul de Berlín; el tanino se

reconoce neutralizando la solución y agregando una sal férrica (coloración parda); el azul de Berlín se reconoce acidificando la solución y agregando cloruro férrico (precipitado azul). En seguida se trata con ácido clorhídrico al 5 por 100, calentando a unos 60°, con lo que se elimina una parte de las sales de estaño y de hierro (no al estado de azul de Berlín), de alúmina y a veces más tanino, además de los fosfatos. Por fin, incinerando el resto, se pueden hallar aún en las cenizas los silicatos y una porción de aquellos metales, especialmente estaño y aluminio, que no habían sido del todo expulsados por los tratamientos precedentes.

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE LA CARGA. — Para la determinación de la carga se ha convenido en considerar como carga solamente la excedencia de peso del producto cargado sobre su peso en estado crudo, es decir sin tener en cuenta el 7 a 8 por 100 que la seda ha perdido por el suavizado, ni el 20 a 25 por 100 que ha perdido en la cochura.

Los métodos que pueden seguirse para la determinación cuantitativa de la carga están basados:

a) en la determinación del peso de la seda en examen;

b) en la determinación del nitrógeno;

c) en la extracción de las substancias que constituyen la carga;

d) en la determinación del peso de las cenizas.

Por lo que respecta a la toma de la muestra J. Persoz (1) aconseja pesarla después de haberla tenido por algún tiempo en un local habitado seco. En el caso en que la carga se determine por el método *c* aconseja que la pesada de la seda despojada de carga se efectúe después de haberla hecho secar dejándola expuesta al aire un tiempo suficiente en el mismo local en que se ha tenido antes de la primera pesada.

a) *Método fundado en el peso de la seda en examen.* — Conociendo el título t del hilado de seda cruda de que proviene el hilado en examen del título T, el tanto por ciento de carga C viene dado por:

$$C = 100\,\frac{T - t}{t}$$

En los demás casos se miden exactamente 10 metros de la seda en examen (2), se pesan hasta el miligramo y se divide por diez el peso hallado. Así se tendrá un peso p que se expresa en miligramos y que representa el peso de un metro de seda. Se cuenta sobre diez pedacitos de la seda en examen, con auxilio de una lente o del micros-

(1) *Revue générale des matières colorantes*, 1906, pág. 326.

(2) RISTENPART: *Kritische Studien zur Analyse der Seidenerschwerung* (Färben Zeitung, 1907, pág. 298) y GIANOLI y ZAPPA: *Determinazione del titolo che una seta tinta presentava allo stato greggio* (Industria 1900, pág. 268).

copio, el número de los filamentos (babas) que entran a constituirlos y se toma el promedio (n) de los valores hallados. Se tendrá $\frac{p}{n} = p'$ como peso en miligramos de un metro de filamento en el estado en que se encuentra en la seda en examen.

La diferencia entre este peso p' y el correspondiente peso de un metro de filamento de seda bruto (1) dará el peso de la carga existente en el peso p' de la seda en examen. De donde con una proporción se obtendrá el tanto por ciento de carga.

Este método es muy rápido y sencillo, pero requiere el conocimiento de la proveniencia de la seda en examen. Los resultados que se obtienen presentan, según Ristenpart, diferencias de la carga real del producto en examen hasta 20 por 100. El método debe seguirse siempre que no se disponga más que de pequeñas cantidades de seda y que se consideren suficientes resultados aproximados.

Ejemplo: Procediendo del modo indicado se halla que un metro de baba p' de un sirgo u organcín italiano cargado pesa 0,400 miligramos.

$$0{,}400 - 0{,}160 = 0{,}240$$
$$0{,}160 : 0{,}240 = 100 : x$$
$$x = 150.$$

El sirgo en examen ha recibido aproximadamente 150 por 100 de carga.

b) *Método basado en la determinación del nitrógeno.* — El método consiste en despojar la seda de las substancias extrañas agregadas, que pudiesen contener nitrógeno, y proceder a la determinación del nitrógeno sobre la seda así tratada. A base de la cantidad de nitrógeno hallada se calcula la cantidad de fibroína existente en la muestra en examen, y de ésta se deduce la de la seda cruda de que deriva. Por diferencia resulta la cantidad de carga.

Se procede del siguiente modo (2):

Uno o dos gramos de seda se hierven por 10 minutos en ácido acético al 25 por 100, se decanta el líquido, y se lava con agua destilada. Se deja sumergida por diez minutos la seda así tratada en un baño de fosfato trisódico cristalizado (3) al 3 por 100 mantenido

---

(1) Según Ristenpart, para el peso medio de filamento de seda (baba) bruto pueden admitirse los siguientes valores:

para la urdimbre italiana o japonesa	=	0,160 mg
para la trama » »	=	0,150 »
para la urdimbre Cantón	=	0,102 »
para la trama »	=	0,088 »
para la urdimbre china	=	0,111 »

(2) Sisley: *Revue générale des matières colorantes*, 1907, pág. 47.

(3) El tratamiento con fosfato trisódico es solamente necesario para las sedas negras.

a la temperatura de 50° C, se decanta el líquido y se lava con agua destilada. Trátase luego la seda por 20 minutos con un baño hirviente de jabón al 3 por 100, adicionado de 0,2 por 100 de carbonato sódico seco. Repítese por segunda vez este último tratamiento, se lava la seda con agua destilada y se seca.

Cuando se tengan en examen sedas alteradas, se someten a los tratamientos descritos envueltas en una bolsita de batista de algodón, con objeto de evitar pérdidas, y luego se pasa al Kjeldahl la bolsita que contiene la seda tratada del modo indicado.

La determinación del nitrógeno por el método Kjeldahl, sobre el producto tratado del modo descrito, se hace según las normas expuestas en el Cap. Abonos (tomo I, pág. 166), efectuando la combustión de la seda con 20 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado, 10 gr de sulfato potásico puro y 0,5 gr de sulfato de cobre desecado. La combustión completa requiere aproximadamente media hora.

El tenor en nitrógeno de la seda desgomada seca es por término medio de 18,4 por 100; pero como en la práctica la carga se refiere a la seda con su humedad, conviene en los análisis referir el tenor en nitrógeno a la seda con su humedad normal (11 por 100), y por lo tanto aquél viene a ser de 16,38 por 100. Por consiguiente 1 parte de nitrógeno corresponde a 6,105 partes de seda desgomada con su humedad normal.

Cuando se carezca de toda indicación sobre la perdida experimentada en el desgomado de la seda en examen antes de la carga, tal pérdida se calculará de ordinario en 25 por 100 para la urdimbre y 20 por 100 para la trama y por lo tanto por cada 75 u 80 partes de fibroína hallada se agregarán respectivamente 25 ó 20 partes de sericina.

EJEMPLO:

1 gr de sirgo da 0,067 gr de nitrógeno
por lo tanto $0{,}067 \times 6{,}105 = 0{,}409035$ gr de seda desgomada húmeda.

Admitido que la pérdida en el desgomado haya sido de 25 por 100, la sericina correspondiente a la cantidad de seda desgomada sobredicha es:

$$75 : 25 = 0{,}409035 : x\,; \quad x = 0{,}136345$$
$$0{,}409035 + 0{,}136345 = 0{,}54538$$

es decir 0,067 gr de nitrógeno corresponden a 0,54538 gr de sirgo desgomado y con su humedad normal y por lo tanto la carga correspondiente a un gramo de la seda en examen es $1 - 0{,}54538 = 0{,}45462$ gr y el tanto por ciento vendrá dado por

$$0{,}54538 : 0{,}45462 = 100 : x\,; \quad x = 83{,}35.$$

G. Gianoli (1) en vez de los tratamientos descritos con ácido acético, con fosfato sódico, con jabón y carbonato sódico, propues-

(1) *L'Industria*, 1907, pág. 540.

tos por Sisley para expulsar las substancias extrañas nitrogenadas, aconseja al mismo fin tratar 1-2 gr de la seda en examen, por diez minutos a 50° C con una solución de sosa cáustica al 2 por 100 adicionada de 4,5 por 100 de glucosa. La seda luego se lava y se seca y sobre ella se procede a la determinación del nitrógeno por el método de Kjeldahl, haciendo hervir por 5 minutos con 20 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado.

El método de determinación de la carga basado en la determinación del nitrógeno de la fibroína es de aplicación general para todas las clases de seda y da buenos resultados.

c) *Métodos por extracción de las substancias empleadas en la carga.* — Distínguense los diversos casos siguientes:

1. Cargas solubles en agua: Cada vez que de los ensayos cualitativos haya resultado que se trataba de sedas cargadas con azúcar, con glucosa, o con sales u otras substancias solubles en agua, la determinación de la carga se efectuará agotando con agua un peso conocido de la seda en examen acondicionada y volviéndola a pesar después de haberla secado y acondicionado de nuevo.

2. Cargas al tanino: Cuando la carga se hubiese obtenido únicamente con materias curtientes, sin sales minerales, Sisley (1) aconseja el método siguiente: 1-2 gr de la seda en examen, acondicionada, se hacen hervir por tres veces consecutivas por 5 minutos con 200 cm^3 de agua destilada. Luego se hace hervir por dos veces consecutivas por 5 minutos con 200 cm^3 de ácido acético al 20 por 100, se lava con agua destilada, luego con agua ligeramente amoniacal, y se hace hervir por dos veces consecutivas por 20 minutos con 200 cm^3 de solución de jabón al 3 por 100 adicionada de 0,2 por 100 de carbonato sódico. Lávase con agua ligeramente amoniacal, después con agua destilada, se exprime el exceso de agua, se seca en estufa y se acondiciona. El peso obtenido representa la seda desgomada sin carga contenida en la muestra examinada.

Las sedas tratadas del modo indicado se presentan de ordinario un poco coloradas y contienen todavía mínimas cantidades de tanino que no sobrepasan de 0,5 por 100 y que pueden ser despreciadas.

3. Cargas mixtas a base de tanino y substancias minerales.

Para las sedas blancas o de color, se puede adoptar el método siguiente (2). La muestra de seda pesada y mojada se inmerge por una hora en una solución fría de ácido fluorhídrico al 10 por 100 (6°,9 Bé) contenida en un recipiente de cobre, removiéndola mediante una varilla de cobre. La seda se trata después una decena de veces con agua destilada y luego se sumerge 5 minutos en una solución

(1) *Revue générale des matières colorantes*, 1907, pág. 99.
(2) RISTENPART: *Färber Zeitung*, 1907, pág. 297.

normal fría de potasa cáustica. Se lava cinco veces con agua destilada ligeramente acidulada con ácido acético, se enjuaga otras cinco veces con agua, se exprime el exceso de agua, se deja secar a la temperatura ordinaria y se pesa. El peso obtenido representa la seda desgomada sin carga contenida en la muestra examinada. Para el cálculo del tanto por ciento de carga comunicada a la seda en examen, en el caso de que no se conozca la pérdida sufrida en el desgomado, se toman para esta pérdida los valores 25 por 100 para la urdimbre y 20 por 100 para la trama.

EJEMPLO: 3,45 gr de organcín cocido y cargado, después del tratamiento indicado, dejan 1,35 gr de seda desgomada. El peso primitivo de organcín crudo viene dado por:

$$75 : 25 = 1{,}35 : x \; ; \quad x = 0{,}45$$

$$1{,}35 + 0{,}45 = 1{,}80 \text{ (peso originario de organcín crudo)}$$

$$3{,}45 - 1{,}80 = 1{,}65 \text{ (carga)}$$

$$1{,}80 : 1{,}65 = 100 : x \; ; \quad x = 91{,}6 \text{ por } 100.$$

Los resultados son siempre algo bajos y se puede adoptar una corrección en más de 5 por 100 aproximadamente.

Para las sedas negras y especialmente para las sedas teñidas en negro monopol (al estaño y catecú) se puede seguir el siguiente método (1):

La muestra pesada y mojada se sumerge por una hora en frío en ácido clorhídrico al 10 por 100 (6°,6 Bé), se lava con agua destilada y luego se introduce por cinco minutos en una solución normal de potasa cáustica (2). Se lava bien por una decena de veces con agua destilada y se repite el tratamiento sobredicho con ácido clorhídrico y con potasa cáustica. Lávase déjase secar, pésase y calcúlase como se ha indicado precedentemente para las sedas de color.

El peso que se obtiene representa directamente la seda desgomada sin carga, siempre que se trate de sedas desgomadas y poco cargadas y que la carga haya sido recién efectuada.

Pero en el caso de sedas teñidas desde algún tiempo con negro monopol, como también en el caso en que el tinte con negro monopol se haya hecho sobre seda cruda, por el método descrito se expulsa completamente la carga orgánica pero no la mineral. En estos casos, y en general siempre que se desconozca el estado en que se hallaba la seda antes de la tintura o el tiempo en que ésta se efectuó, Risten-

---

(1) RISTENPART: *Färber Zeitung*, 1908, pág. 53.

(2) Heermann, en lugar del tratamiento con potasa cáustica normal, lo cual podría atacar también a la fibra en el caso de sedas poco resistentes, recomienda tratar por 10 minutos al baño maría a 80° C con una mezcla en partes iguales de glicerina y de potasa cáustica doble normal, dejando luego la seda sumergida en el mismo líquido por otros 5 a 10 minutos después de haberlo separado del baño maría.

part recomienda incinerar la muestra tratada del modo antes descrito, multiplicar por 1,4 el peso de las cenizas hallado, y restar el valor que así se obtiene del peso que la muestra tenía después de los tratamientos con ácido clorhídrico y con potasa cáustica.

EJEMPLO: 2,751 gr de trama, después de los tratamientos con H Cl y KOH, quedan reducidos a 1,24 gr, que incinerados dan 0,185 gr de cenizas. Tendremos:

$$0{,}185 \times 1{,}4 = 0{,}259 \text{ gr}$$
$$1{,}254 - 0{,}259 = 0{,}995 \text{ gr de seda desgomada}$$
$$80 : 20 = 0{,}995 : x \; ; \quad x = 0{,}2487$$
$$0{,}9950 + 0{,}2487 = 1{,}2437 = \text{seda cruda}$$
$$2{,}751 - 1{,}2437 = 1{,}5073 = \text{carga}$$
$$1{,}2437 : 1{,}5073 = 100 : x \; ; \quad x = 121$$

La carga de la seda en examen es de 121 por 100.

d) *Método por incineración.*—Para las sedas blancas o de colores claros cargadas al sílicofosfato de estaño y al sílicofosfato de estaño y aluminio, P. Sisley (1) aconseja incinerar un peso conocido de seda y multiplicar por 1,28 el peso de las cenizas halladas. Así se obtiene el peso de la carga existente en la muestra examinada. Del modo usual, expuesto en los ejemplos precedentes, se calcula el peso de la seda cruda correspondiente al de la seda tomada en examen y luego se calcula el peso de la carga correspondiente a 100 partes de la seda cruda.

14. Distinción entre productos brutos y blanqueados.—Muchas fibras textiles, como por ejemplo el lino, el cáñamo, el yute, etc., presentan en estado bruto un color bien distinto del blanco y en estos casos la distinción entre productos brutos y blanqueados es sencilla y se hace a simple vista. Pero otras fibras, como por ejemplo el algodón y la lana, se presentan a menudo, aun no habiendo sido blanqueadas, naturalmente de color blanco y entonces la distinción entre producto bruto y producto blanqueado no es evidente como en los casos precedentes, sino que requiere investigaciones especiales.

a) PARA EL ALGODÓN.—Método práctico es el siguiente (2):

El hilado o algunos hilos aislados del tejido en examen ya en el sentido de la urdimbre ya en el de la trama, se desfibran con cuidado mediante un cortaplumas. Si se trata de hilados retorcidos, conviene, antes de desfibrarlos, descomponerlos en los hilos simples que los constituyen.

Las fibras así obtenidas, una vez separados los nudos y los pedazos de hilo no bien desfibrados, se reúnen para formar un copo

(1) *Revue générale des matieres colorantes*, 1907, pág. 102.
(2) A. CAPPELLI. *Ann. Labor, chim. centrale Gabelle*, vol. VII, pág. 225.

de forma aproximadamente circular, del diámetro aproximado de un centímetro y de un milímetro de espesor. El copo de fibras se deja sobre el agua destilada contenida en un pesafiltros común de vidrio y se observa lo que sucede en el intervalo de algunos minutos. Si se trata de productos brutos, el copo de fibras no se embebe de agua y flota aunque se agite el líquido; en cambio si se trata de productos blanqueados, el copo de fibras se embebe más o menos rápidamente de agua, y agitando el líquido, cae lentamente al fondo.

Cuando tengan que examinarse productos aprestados, se debe ante todo lavar un pequeño pedazo por un cuarto de hora aproximadamente bajo un chorro de agua fría, frotándolo fuertemente entre los dedos; dejarlo luego secar completamente al aire, y sobre la muestra así tratada y seca proceder al ensayo del modo antes indicado.

En el caso de los hilados del tipo de los de coser, convendrá también tratar de expulsar el apresto, rascándolos con un cortaplumas; tenerlos aproximadamente por media hora en agua destilada al baño maría cambiando dos o tres veces el agua destilada, y dejarlos luego secar al aire. El hilado así tratado y bien seco se descompondrá en los filamentos simples que lo constituyen; estos últimos se desfibrarán y las fibras obtenidas se ensayarán del modo indicado.

b) PARA LA LANA.—Si el blanqueo se obtuvo por acción del anhídrido sulfuroso, puede emplearse el siguiente método (1): Algunos pedazos del hilado tomados de la muestra en examen y descompuestos en los hilos simples que los constituyen, si se trata de hilados retorcidos, reúnense en un hacecillo por simple anudamiento central y se disponen extendidos en una cápsula de porcelana. Viértese sobre ellos un poco del siguiente reactivo yódico preparado recientemente: 1 gr de yodo sublimado y 5 gr de yoduro potásico disueltos en 50 cm^3 aproximadamente de agua destilada y, una vez disueltos, diluídos hasta el volumen de 1 litro con agua destilada.

Con una varilla de vidrio se procura que el reactivo bañe completamente las fibras, luego se separa el haz, se deja agotar perfectamente, se procura dividir y distender con los dedos los hilos que lo componen y por fin se pone sobre papel absorbente.

Con este tratamiento todas las fibras de la lana se tiñen de amarillo más o menos intenso, pero por exposición al aire se observa que mientras los hilados realmente blanqueados, al cabo de algunos instantes, de amarillos se van haciendo gradualmente más claros para volverse blancos o incoloros al cabo de pocos minutos (generalmente en no más de quince minutos), los brutos, en cambio, que no recibieron tratamiento alguno con el ácido sulfuroso, conservan una colora-

(1) A. SOLARO. *Ann. Labor. chim. centrale Gabelle*, vol. VI, págs. 467 y siguientes.

ción amarilla intensa aun al cabo de una hora. Los hilados que fueron sometidos a un blanqueo parcial, no completo (blanco leche, blanco marfil), conservan la coloración amarilla del yodo, aunque algo menos intensa, por algunos minutos, pero al cabo de una hora se hallan siempre casi incoloros o sólo levemente amarillos de canario.

El ensayo se debe practicar siempre sobre los hilados sencillos, y sin haberlos sometido antes a tratamiento preliminar alguno con agua o con otros agentes químicos.

Si el blanqueo no se hubiese obtenido mediante empleo del anhídrido sulfuroso, sino por otros procedimientos, por ejemplo mediante la acción del agua oxigenada, del permanganato, y otros análogos, el ensayo descrito no puede ser útilmente empleado.

Comércianse tambien productos lixiviados de lino y de cáñamo que han sufrido tratamientos intermedios entre los de los brutos y de los blanqueados. Puede ser necesario, en algunos casos, distinguir tales productos lixiviados de los respectivos productos brutos. Un método sencillo para diferenciarlos puede estar basado en la confrontación del color del extracto acuoso del producto en examen con el dado en las mismas condiciones experimentales por un mismo peso de hilado o tejido de lino o de cáñamo (según se tengan en examen productos de una u otra materia textil) notoriamente en bruto. Antes de la confrontación los dos extractos deben diluirse hasta el mismo volumen. La confrontación del color se efectúa poniendo los extractos acuosos en dos tubos de ensayo bastante grandes, iguales entre sí. Los productos lixiviados dan extractos acuosos mucho menos colorados en amarillo obscuro que los que dan los correspondientes productos brutos.

3. Examen físico-mecánico

Este examen comprende numerosas pruebas e investigaciones técnicas, las cuales tienen por fin determinar las propiedades físico-mecánicas del género en examen, mediante lo cual, teniendo presentes también, si conviene, los resultados obtenidos en los exámenes microscópico y químico, se pueda clasificar, comprobar si posee los requisitos necesarios para ser aplicado a un uso prefijado, apreciar su grado de bondad en relación con su empleo, y establecer su justiprecio. El examen físico-mecánico se aplica a muestras convenientemente tomadas, de modo que vengan a representar en lo posible toda la partida. Las pruebas físico-mecánicas que se hacen sobre los hilados y sobre los tejidos son numerosas; pero aquí vamos a señalar sumariamente sólo algunas de las más importantes, remitiendo para mayores detalles a los libros especiales sobre el asunto en cuestión (1).

(1) Giudici: *Tessuti di lana e di cotone* (Milán, 1904); P. Heermann: *Mechanisch- und Physikalisch-technische Textiluntersuchungen* (Berlín, 1912); L. Faux: *Travail des laines à peigne* (París, 1913); H. Cappelli: *Esame fisico-meccanico delle fibre tessili, filati e tessuti* (en publicación).

1. ASPECTO Y CARACTERES EXTERNOS.—Estas investigaciones tienen por fin comprobar el color, el olor, la pureza, el grado de suavidad y morbidez y de uniformidad de la muestra en examen, y descubrir la presencia o ausencia de defectos aparentes de elaboración (manchas, faltas, etc.).

2. PESO.—También suelen clasificarse los tejidos con respecto a su uso atendiendo al peso; el cual es por otra parte uno de los factores de grande importancia para establecer el precio de un tipo dado. Cuando se tenga a disposición toda una pieza, el peso del tejido puede fácilmente obtenerse dividiendo el peso de la pieza por los metros de tejido que la constituyen. De este modo se obtiene el peso por metro lineal. Alguna vez el peso de un tejido se expresa por metro cuadrado. Si sólo se dispone de pequeñas porciones de tejido, la determinación del peso se efectúa con precisión sobre pequeñas superficies del mismo (por ejemplo sobre 1 dm^2) recortadas en diversos puntos de la muestra, y el promedio de los valores hallados se refiere luego al metro lineal o al metro cuadrado.

3. TÍTULO.—Los hilados se clasifican a base de su título o número, que es la razón existente entre la longitud y el peso de cierta cantidad de hilado. Empléanse dos sistemas de titulación de los hilados: *Titulación a peso fijo y a longitud variable* (en uso para los hilados de las diversas fibras, excepto para las de seda) y *titulación a longitud fija y a peso variable* (para la seda). El título de los hilados se puede determinar mediante la balanza o mediante aparatos especiales.

4. RESISTENCIA.—La resistencia se determina por el empleo de aparatos llamados *dinamómetros*, que dan la carga de rotura, o sea la fuerza expresada en gramos o en kilogramos necesaria para desgarrar en las condiciones de ensayo una fibra, un hilado o una tira del tejido de dimensiones dadas. De ordinario los dinamómetros indican también el alargamiento sufrido durante la prueba por la longitud dada de fibra o de hilado, o por la longitud dada de tira de tejido. Hay dinamómetros de resorte, de peso corredizo, de palanca (de Perreaux, de Moscrop, de Schoch, de Schopper, de Rondet-Schor). La mayor parte de los dinamómetros son de funcionamiento intermitente, y algunos de funcionamiento continuo.

5. OTRAS PRUEBAS.—Otras pruebas e investigaciones técnicas que de ordinario se llevan a cabo son, por ejemplo, las siguientes: Para los hilados, la determinación de la torsión, la investigación del grado de regularidad; para los tejidos, la investigación de la reducción en trama y en urdimbre, de la armadura, etc.

ÍNDICE ALFABÉTICO

A

Abbe (Refractómetro) (II), 392.
Abel (Aparato de), 462.
Abel y Field (Método de reconocimiento del Bi en el Cu), 293.
Abonos, 158.
— complejos, 186.
— fosfatados, 176.
— nitrogenados, 172.
— potásicos, 184.
Aceite de algodón, 532.
— de almendras, 535.
— de ballena, 577.
— de cacahuete, 537.
— de coco, 557.
— de crucíferas, 541.
— de espermaceti, 591.
— de flema, 60.
— de foca, 577.
— de fusel, 60.
— de hígado de bacalao, 578.
Aceite de illipé, 561.
— de linaza, 545.
— de linaza cocido, 593.
— de madera de pino (Reconocimiento en la esencia de trementina) (II), 432.
Aceite de Mowrah, 561.
— de oliva, 547.
— de palma, 557.
— de palmisto, 560.
— de pies, 574.
— de resina (II), 440.
— de ricino, 550.
— de sésamo, 554.
— para rojo turco, 598.
Aceites amílicos (II), 371.
— antracénicos, 432.
Aceites de acetona, 23.
— de anilina, 70.
— de animales marinos, 576.
Aceites de animales marinos (Tabla de caracteres), 580.
Aceites de animales terrestres (Tabla de caracteres), 575.
Aceites de gas, 470.
— de peces, 576.
— endurecidos, 597.
— esenciales (II), 389.
— esenciales (Tabla de caracteres de los más comunes) (II), 415.
Aceites etéricos (II), 389.
— hidrogenados, 597.
— impregnantes, 434.
— insuflados, 595.
— ligeros de alquitrán, 430.
Aceites lubrificantes, 471.
— medios de alquitrán, 431.
Aceites medios de petróleo, 470.
Aceites minerales, 450.
— minerales ligeros, 457.
— oxidados, 595.
— pesados de alquitrán, 431.
Aceites pesados de petróleo, 471.
Aceites vegetales (Tabla de caracteres), 551.
Aceites volátiles (II), 389.
Aceros al cromo, 250.
— al cromo (Ejemplos de análisis), 254.
Aceros al cromotungsteno, 264.
Aceros al cromotungsteno (Ejemplos de análisis), 265.
Aceros al cromoníquel, 264.
Aceros al cromovanadio, 265.
Aceros al cromovanadio (Ejemplos de análisis), 266.
Aceros (Ejemplos de análisis), 248.
Aceros especiales, 248.
— al manganeso, 256.
— al manganeso (Ejemplos de análisis), 256.
Aceros al molibdeno, 261.
— al níquel, 254.
— al níquel (Ejemplos de análisis), 256.
Aceros rápidos, 248.
— al silicio, 263.
— al tungsteno, 257.
— al vanadio, 259.
— al vanadio (Ejemplos de análisis), 261.
Acetargol, 44.
Acetato de aluminio, 25.
— de amilo, 25.
— de calcio, 27.
— de cromo, 126.
— de hierro, 28.
— de plomo, 29.
— de sodio, 29.
Acetímetros (II), 311.
Acetona, 30.
Acido acético, 31.
— bórico, 33.
Acidobutirómetro (II), 34, 53.
Acido carbólico, 444.
— carbónico, 34.
— cianhídrico (Determi-

nación en los licores) (II), 378.
Acido cítrico, 35.
— cítrico (Solución de), 182.
Acido clorhídrico, 40.
— crómico, 42.
— esteárico, 604.
— esteárico (Solución alcohólica. Reactivo), 616.
Acido fénico, 444.
— fluorhídrico, 43.
Acido fenolsulfúrico (Reactivo), 167.
— fórmico, 43.
— fosfórico, 45.
— fosfosulfúrico (Reactivo), 166.
Acido hidrofluosilícico, 47
— láctico, 47.
— metafosfórico, 46.
— nítrico, 49.
— oleico, 601.
— ortofosfórico, 45.
— oxálico, 50.
— pícrico, 50.
— piroleñoso, 31.
— sulfúrico, 51.
— sulfúrico fumante, 53.
— tartárico, 55.
Acondicionamiento de las fibras textiles (II), 627.
Agave (Caracteres microscópicos), (II) 617.
Agua de Javelle, 108.
— de Labarraque, 108.
— oxigenada, 58.
Aguas, 1
— de desecho y de lavado (de las azucareras) (II), 193.
Aguas para uso industrial, 17.
Aguas potables, 1.
— potables (Ejemplos de composición), 18. 19.
Aguardiente de sidra (II) 378.
Aguardientes (II), 372.
— de cereales (II), 383.
— (Ejemplos de análisis) (II), 373.
Aguardientes de fruta (II), 378.
Aguardientes de fruta (Ejemplos de análisis) (II), 382.
Aguarrás (II), 424.
Ajenjo (II), 384.
Albayalde (II), 524.
— de zinc (II), 529.
Alcohol amílico, 60.
Alcohol de 90° necesario para dar a otro la graduación de 50° (Tabla) (II), 341.
Alcohol etílico, 60.
— metílico, 60.
— metílico (Determinación en los espíritus) (II), 366.
Alcohol purísimo (Reactivo), 533.
Alcoholes (II), 319.
— industriales (II), 369.
— industriales (Ejemplos de análisis) (II), 370.
Alcohómetros (II), 329.
Aleaciones, 221.
— ferrometálicas, 266.
Alfa (Caracteres microscópicos) (II), 618
Alfénida, 363.
Algodón (Caracteres microscópicos) (II), 614.
Algodón (Distinción entre productos brutos y blanqueados) (II), 710.
Algodón mercerizado (Caracteres microscópicos) (II), 614.
Alizarina (II), 579.
Allen (Método para descubrir el ácido tartárico en el cítrico), 36.
Allihn (Tabla de correspondencia entre la glucosa y el Cu pesado) (II), 153.
Almidón soluble (Reactivo), 510.
Almidones (II), 109.
— (Caracteres microscópicos (II), 73.
Alpaca, 363.
— plateada, 366.
Alquitrán bruto, 428.
— de hulla, 427.
Alumbre, 143.
Alumbre de cromo, 126.
Aluminado, 400.
Aluminato de sodio, 66.
Aluminio, 367.
— (Ejemplos de análisis), 373.
Amarillo de cadmio (II), 542.
Amarillo de Marte (II), 537.
Amarillos de cromo (II), 533.
Amonaldehido (Reactivo) (II), 347.
Amoníaco, 68.
Amthor (Reacción del caramelo) (II), 374.
Análisis electrolítico, de los metales, 285.
Anaranjado de plomo (II), 533.
Anilina, 69.
Antimonina, 153.
Antimonio, 339.
— (Ejemplos de análisis), 341.
Antracita, 419.
Antrapurpurina (II), 579.
Añil (Véase Índigo).
Apatitos, 176.
Appiani (Método para la determinación del anhídrido fosfórico), 178.
Apresto (Determinación en los tejidos) (II), 631.
Arata (Método para las materias colorantes del vino) (II), 276.
Arcillas, 197.
Arena normal (para ensayos técnicos), 212.
Argamasa normal (para ensayos técnicos), 203, 212.
Argentán, 363.
Armani-Barboni (Reacción cromática de la miel) (II), 224.
Armani y Ródano (Método para la determinación de la parafina), 489.
Arnold (Método para la determinación del azufre en el hierro), 241.
Arsenito sódico (Reactivo) (II), 293.
Azúcar invertido (II), 200.
Azúcares (II), 118.
— (Análisis de las mezclas) (II), 157.
Azúcares (Constantes polarimétricas) (II), 145.
Azúcares (Constantes sacarométricas) (II), 147.
Azúcares (Método areométrico de análisis) (II), 118.
Azúcares (Método polarimétrico de análisis) (II), 131.
Azúcares (Método químico de análisis) (II), 149.
Azúcares (Método refractométrico de análisis (II), 129.

Azúcares (Tabla de constantes) (II), 156.
Azúcares brutos (II), 183.
Azúcares refinados (II), 192.
Azufre, 71.
— bruto, 74.
— cúprico, 77.
— precipitado, 76.
— refinado, 75.
— sublimado, 76.
Azul de Berlín (II), 548.
— de Brema (II), 549.
— de montaña (II), 549.
— de París (II), 548.
— de Prusia (II), 548.
— de Turnbull (II), 548.
Azules a base de cobre (II), 549.

B

Balanza de Westphal (II), 323.
Balland y Maljean (Método de determinación del ácido sulfúrico en el cuero) (II), 508.
Balling (Sacarómetro), 127.
Barita, 80.
Barnices (II), 445.
— (Tablas de disolventes) (II), 451.
Barros (de las azucareras) (II), 194.
Bases pirídicas, 447.
Battegay (Método para la determinación del sulfuro de sodio), 151.
Baudouin (Reacción del aceite de sésamo), 554.
Beckmann (Aparato de) (II), 38.
Bellier (Método para determinar los ácidos aráquico y lignocerínico), 539.
Bellier (Reacción cromática de), 531.
Bencinas, 457.
— de alquitrán, 435.
Benzoles, 435.
— (Caracteres y composición), 440.
Berg (Método para el análisis de la cera), 583.
Bermellón (II), 541.
Berté (Método de determinación del citral) (II), 412.
Bettendorf (Reactivo de), 32.
Bicarbonato de sodio, 82.
Bicromato de potasio, 83.
— de sodio, 84.
Bieber (Reacción para los aceites), 536.
Bioxalato de potasio, 131.
Bishop (Método para determinar la absorción del O por los aceites), 529.
Bisulfato de sodio, 84.
Bisulfito de potasio, 85.
— de sodio, 85.
Bitartrato de potasio, 86.
Bizcochos (II), 217.
Blanco de Griffith (II), 529.
— de Hamburgo (II), 525.
— de Holanda (II), 525.
— de Krems (II), 525.
— de Venecia (II), 525.
— de zinc (II), 527.
— fijo (II), 531.
Blanco permanente (II), 531.
Blarez-Vaudam (Método para el reconocimiento de los fluoruros en los vinos) (II), 296.
Bolas de goma (II), 217.
Bömer (Método para el análisis del sebo), 566.
Boracita, 87.
Borato de sodio, 87.
Boratos naturales, 87.
Bórax, 87.
Borocalcita, 87.
Boronatrocalcita, 87.
Boutron y Boudet (Método para la determinación de la dureza de las aguas), 3.
Braunita, 134.
Brix (Sacarómetro), 127.
— (Tablas de) (II), 121, 124.
Bombas calorimétricas, 409.
Bromo, 88.
Bromuro de potasio, 89.
Bronce ligero de aluminio, 374.
Bronces al aluminio, 326.
— al manganeso, 304.
— — (Ejemplos de análisis), 324.
Bronces al níquel, 325.
— al plomo, 323.
— — (Ejemplos de análisis), 324.
Bronces al plomo-níquel, 325.
Bronces comunes, 315.
— de aluminio (Ejemplos de análisis), 327.
Bronces especiales, 321.
— fosforosos, 321.
— siliciosos, 322.
— — (Ejemplos de análisis), 323.
Brullé (Reacción cromática), 530.
Bujías, 610.
Bunsen (Válvula), 195.
Burgess (Método de determinación de los aldehidos) (II), 399.
Burnstyn (Grados), 504.
Butirina (II), 60.
Butirol (II), 60.
Butirómetro (II), 63.
Butirorrefractómetro (II), 50.

C

Cabellos (Caracteres microscópicos) (II), 624.
Cainita, 184.
Calciocianamida, 175.
Calcopirita, 77.
Cales, 206.
— hidráulicas, 207.
— — (Ejemplos de análisis), 217.
Calizas, 189.
Calomelanos, 113.
Calorímetros, 409.
Campeche (II), 563.
Candelita, 597.
Cáñamo (Caracteres microscópicos) (II), 615.
Cáñamo de Manila (Caracteres microscópicos) (II), 618.
Caramelo (Reconocimiento en los vinos) (II), 278.
Carbonato de amonio, 90.
— de potasio, 90.
— de sodio, 92.
Carbón de madera, 418.
Carbones minerales, 419.
— — (Ejemplos de análisis), 422.
Carbones minerales (Límites de composición), 421.
Carburo de calcio, 97.
Carga de las sedas (II), 704.
Carmín (II), 585.
— de cochinilla (II), 585.
— de índigo (II), 578.

Carnalita, 184.
Carne (II), 1.
Carnes conservadas en latas (II), 24.
Carnot (Reactivo), 162.
Catecú (II), 582.
Caucho (II), 455.
— depurado (II), 456.
— en bruto (II), 456.
— manufacturado (II), 461.
Caucho vulcanizado (II), 461.
Cementos, 207.
— lentos (Ejemplos de análisis), 219.
Cementos rápidos (Ejemplos de análisis), 218.
Cenizas de hueso, 176.
Centímetro cúbico Mohr (II), 137.
Centímetro cúbico verdadero (II), 137.
Cera de abejas, 581.
— de la grasa de lana, 605.
Cera de monte, 489.
— montana, 490.
Ceras, 581.
— (Tabla de caracteres), 592.
Ceresina, 489.
Cerusa: Véase Albayalde.
Cerveza (II), 227.
— (Examen microscópico) (II), 239.
Cianuro de potasio, 98.
Cinabrio (II), 541.
— verde (II), 552.
Cinta de Mulhouse (II), 581.
Citrato amónico (Reactivo), 168.
Citrato de calcio, 100.
Citratos de magnesia (II), 220.
Citrómetro, 38.
Clark (Método para determinar la dureza de las aguas), 4.
— (Tabla), 6.
Classen (Cápsula), 287.
— (Método de determinación del Sb en el Cu), 295.
Clerget (Fórmula) (II), 160.
Clorato de potasio, 104.
— de sodio, 105.
Cloroformo, 105.
Cloroyoduro de zinc (Reactivo microquímico), (II), 608.
Cloruro de amonio, 106.
— de bario, 106.
— de cal, 107.
— de cromo, 126.
— de magnesio, 111.
— de potasio, 113.
— de sodio, 113.
— de zinc (Solución de 60° Bé: reactivo) (II), 639.
Cloruro estánnico, 108.
— estannoso, 109.
— — (Reactivo) (II), 672.
— férrico, 110.
— mercúrico, 111.
— mercurioso, 113.
Cobre, 292.
— blanco, 363.
— (Ejemplos de análisis), 300.
Cobre fosforoso, 301.
— manganeso, 302.
— silicioso, 302.
Cobres blancos (Ejemplos de análisis), 366.
Coco (Caracteres microscópicos) (II), 619.
Cochinilla (II), 584.
Coeficiente de impureza de los espíritus (II), 338.
Cok, 425.
Colores orgánicos artificiales (Clasificación práctica) (II), 587.
Colesterina, 523.
Colofonia (II), 435.
Colorantes ácidos (II), 587.
— — y ácidos sobre mordientes (Tabla de ensayos) (II), 594.
Colorantes a desarrollo (II), 588.
Colorantes al azufre (II), 588.
Colorantes amarillos sobre algodón (Tabla para el reconocimiento) (II), 676.
Colorantes amarillos sobre lana (Tabla para el reconocimiento) (II), 656.
Colorantes anaranjados sobre algodón (Tabla para el reconocimiento) (II), 676.
Colorantes anaranjados sobre lana (Tabla para el reconocimiento) (II), 656.
Colorantes azules sobre algodón (Tabla para el reconocimiento) (II) 682.
Colorantes azules sobre lana (Tabla para el reconocimiento) (II), 662.
Colorantes básicos (II), 587.
Colorantes básicos y básicos con mordiente (Tabla de ensayos) (II), 592.
Colorantes directos (II), 587.
Colorantes grises sobre algodón (Tabla para el reconocimiento) (II), 688.
Colorantes grises sobre lana (Tabla para el reconocimiento) (II), 668.
Colorantes insolubles en el agua (Tabla de ensayos) (II), 596.
Colorantes negros sobre algodón (Tabla para el reconocimiento) (II), 688.
Colorantes negros sobre lana (Tabla para el reconocimiento) (II), 668.
Colorantes no reducibles amínicos (Tabla de ensayos) (II), 601.
Colorantes no reducibles fenólicos (Tabla de ensayos) (II), 602.
Colorantes pardos sobre algodón (Tabla para el reconocimiento) (II), 686.
Colorantes pardos sobre lana (Tabla para el reconocimiento) (II), 666.
Colorantes púrpura sobre algodón (Tabla para el reconocimiento) (II), 680.
Colorantes púrpura sobre lana (Tabla para el reconocimiento) (II), 660.
Colorantes (Reconocimiento en los tejidos) (II), 652.
Colorantes reducibles y no reoxidables (Tabla de ensayos) (II), 599.
Colorantes reducibles y reoxidables (Tabla de ensayos) (II), 600.
Colorantes rojos sobre algodón (Tabla para el reconocimiento) (II), 678.
Colorantes rojos sobre la-

na (Tabla para el reconocimiento) (II), 658.
Colorantes salinos (II), 587.
Colorantes salinos y al azufre solubles (Tabla de ensayos) (II), 593.
Colorantes sobre mordiente (II), 587.
Colorantes substantivos (II), 587.
Colorantes tina (II), 587.
— verdes sobre lana (Tabla para el reconocimiento) (II), 664.
Colorantes verdes sobre algodón (Tabla para el reconocimiento) (II), 684.
Colorantes violeta sobre algodón (Tabla para el reconocimiento) (II), 680.
Colorantes violetas sobre lana (Tabla para el reconocimiento) (II), 660.
Colores amarillos minerales (II), 533.
Colores amarillos y rojos minerales (Esquema para el reconocimiento) (II), 532.
Colores azules minerales (II), 543.
Colores azules y verdes minerales (Esquema para el reconocimiento) (II), 544.
Colores blancos minerales (II), 523.
Colores blancos minerales (Esquema para el reconocimiento (II), 524.
Colores bronce (II), 560.
— del alquitrán (Véase colores orgánicos artificiales).
Colores (Determinación de las substancias extrañas) (II), 603.
Colores grises minerales (II), 553.
Colores metálicos (II), 560.
— minerales (II), 515.
— negros minerales (II), 553.
Colores negros y pardos minerales (Esquema para el reconocimiento) (II), 554.
Colores orgánicos (II), 563.
— — artificiales (II), 586.
— — — sobre algodón (Tablas para el reconocimiento) (II), 675.
Colores orgánicos artificiales sobre lana (Tablas para el reconocimiento) (II), 655.
Colores orgánicos naturales (II), 563.
Colores pardos minerales (II), 553.
Colores pardos y negros minerales (Esquema para el reconocimiento (II), 554.
Colores rojos minerales (II), 533.
Colores rojos y amarillos minerales (Esquema para el reconocimiento) (II), 532.
Colores (Valor tintóreo) (II), 605.
Colores verdes minerales (II), 543.
Colores verdes y azules minerales (Esquema para el reconocimiento) (II), 544.
Colorímetro (II), 274.
Colza (Aceite de), 541.
Combustibles, 403.
— conglomerados, 425.
Composiciones de estaño, 109.
Confites (II), 216.
Confituras a la liornesa (II), 200.
Confituras a la marsellesa (II), 206.
Confituras a la parisiense (II), 200.
Confituras a la portuguesa (II), 200.
Confituras al julepe (II) 206.
Conservas de frutas (II), 207.
Confituras secas (II), 200.
Coñac (II), 373.
Coñac (Ejemplos de análisis) (II), 376.
Coprolitos, 176.
Corleis (Matraz), 224.
Corleis (Método), 224.
Cornalba (Constante) (II), 38.
Corozo (Caracteres microscópicos) (II), 82.
Cortezas tintóreas (II), 564.
Corti (Aparato de acondicionamiento) (II), 628.
Coryphol, 597.
Crémor tártaro, 86.
Cristal de sosa, 92.
Cromato de potasio, 116.
Cuadrioxalato de potasio, 132.
Cuero (II), 500.
Cueros al cromo (II), 512.
Cueros al tanino (II), 501.
Cueros para suela (Ejemplos de análisis) (II), 510.
Cuniasse y Raczkowski (Método de determinación del aldehido benzoico) (II), 380.
Cupferrón (Reactivo), 372.
Cúrcuma (II), 564.
Curcumina (Reactivo) (II) 10.
Chocolates (II), 210.

D

Dalican (Tabla de), 564.
Dapentin (II), 428.
Decrolina, 122.
Degrágeno, 608.
Degrás, 606.
Dénigès (Ensayo para el ácido tartárico) (II), 314.
Dénigès (Reacción para el ácido cítrico) (II), 286.
Desnaturalizantes (II), 356
Destilado de bergamota. (II), 405.
De Vijs (Método de determinación del número de yodo), 512.
Dextrina (II), 113.
Diamalta (II), 198.
Diastafor (II) 198.
Difenilamina (Reactivo) (II), 282.
Dilución de un alcohol para darle la graduación de 50° (Tabla) (II), 342
Dilución de un alcohol para darle 90° (Tabla) (II), 339.
Dinamómetros (II), 713.
Dobbin (Reactivo), 93.
Dorado, 396.
Duboscq (Colorímetro), 274.
Dulcina (Reconocimiento en los licores) (II), 386.
Dureza de las aguas, 3.
— de las aguas (Corrección), 21.

E

Ebonita, (II), 465.
Ebullioscopio (II), 247.
Eggertz (Método colorimétrico), 231.
Eggertz (Tubos), 232.
Eléctrodos de platino (Encobrado), 306.
Eléctrodos de platino (Estañado), 345.
Eléctrodos de platino (Platinado) (II), 287.
Embutidos (II), 4.
Encobrado, 400.
Energía ácida (II), 260.
Engler (Viscosímetro), 474.
Engrudo de almidón (Reactivo), 510.
Engrudo de almidón yodurado (Reactivo) (II), 283.
Enlatonado, 400.
Escorias de desfosforación, 181.
Escorias Martin, 183.
Escorias (material aglomerante), 199.
Escorias Thomas, 181.
Eschka (Método de determinación del azufre), 406.
Esencia de bergamota (II), 405.
Esencia de limón (II), 410.
— de mirbana, 131.
Esencia de naranja agria (II), 404.
Esencia de naranja dulce (II), 404.
Esencia de pino (Reconocimiento en la de trementina) (II), 432.
Esencia de resina (II), 440.
— de resina (Reconocimiento en la trementina) (II), 431.
Esencia de trementina, 427.
Esencias (II), 389.
— de agrios (II), 404.
Esparto (Caracteres microscópicos) (II), 618.
Espermaceti, 590.
Espíritu de resina (II) 440.
Espíritus (II), 319.
Estannato de sodio, 117.
Estañado, 399.
Estaño, 341.
Estaño (Ejemplos de análisis), 344.
Estaño fosforoso, 348.
Estaño y plomo (Aleaciones), 349.
Estearina, 604.
Estearina de algodón, 535.
Estearina de grasa de lana, 605.
Estiércol, 187.
Éter, 118.
Exabromocompuestos (Reacción), 545.
Extracto de campeche, (II), 567.
Extracto del vino (Tabla para el cálculo) (II), 253.
Extracto de palo amarillo (II), 570.
Extracto de palo rojo (II), 569.
Extracto de quercitrón (II), 571.
Extractos colorantes (II), 564.
Extractos de carne (II), 15.
— de malta (II), 198.
— tánicos (II), 468.

F

Fabris (Método de determinación de la glicerina en los vinos) (II), 271.
Factis (II), 459.
Fachini-Dorta (Método para determinar los ácidos aráquico y lignocerínico), 540.
Féculas (II), 109.
— (Caracteres microscópicos) (II), 76.
Feder (Reconocimiento de la caseína) (II), 5.
Fehling (Licor o líquido) (II), 149.
Ferricianuro de potasio, 119.
Ferricianuro ferroso (Véase Azul de Turnbull).
Ferroaluminio, 284.
Ferrocianuro férrico (Véase Azul de Prusia)
Ferrocianuro de potasio, 119.
Ferrocromo, 276.
— (Ejemplos de análisis), 278.
Ferromanganeso, 269.
Ferromolibdeno, 281.
— (Ejemplos de análisis), 282.
Ferrosilicio, 267.
Ferrosilicio (Ejemplos de análisis), 269.
Ferrosiliciomanganeso, 276.
Ferrotitanio, 282.
— (Ejemplos de análisis), 284.
Ferrotungsteno, 278.
— (Ejemplos de análisis), 280.
Ferrovanadio, 280.
— (Ejemplos de análisis), 281.
Fibras animales (Tabla de caracteres microscópicos) (II), 620.
Fibras textiles (II), 607.
— — animales (Caracteres microscópicos) (II), 619.
Fibras textiles (Determinación de la resistencia (II), 713.
Fibras textiles (Examen físicomecánico) (II), 712.
Fibras textiles (Examen microscópico) (II), 607.
Fibras textiles (Modo de distinguirlas químicamente) (II), 633.
Fibras textiles vegetales, (II), 612.
Fibras vegetales (Tabla de caracteres microscópicos) (II), 613.
Fiehe (Reacción cromática de la miel) (II), 223.
Finkener (Método), 238.
Fischer (Eléctrodos), 289.
Fitosterina, 524.
Flavina (II), 571.
Flavopurpurina (II), 579.
Flor de azufre, 76.
Floroglucina y ácido clorhídrico (Reactivo microquímico) (II), 609.
Fluoruro de cromo, 126.
— — (Reactivo) (II), 672.
Fluoruros dobles de antimonio y potasio o sodio o amonio, 153.
Formaldehido, 120.
Formalina, 120.
Formiato amónico (Reactivo), 315.
Formiato de cromo, 126.
Formiatos, 45.
Formol, 120.
Forster y Riechelmann (Método para el reconocimiento de la fitosterina), 569.

Fortini (Método de análisis de la magnesia), 125.
Fosfato de Redonda, 183.
Fosfato de sodio, 122.
— precipitado, 183.
— Wolter o Wiborgh, 183.
Fosfatos, 176.
— minerales, 176.
Fosforitas, 176.
Fosfuro de estaño, 348.
Fotómetros, 464.
Francois (Método de determinación de las bases pirídicas) (II), 357.
Frary (Método de rotación del electrólito), 289.
Fresenius-Beck (Método de análisis del mineral de azufre), 73.
Fresenius y Grunhut (Método de determinación del formaldehido), 121.
Frutas en almíbar (II), 206.
Fuchsinéchappés, 69.
Fundición especular, 269.
Fundiciones, 222.
Fustete (II), 563.

G

Gallo (Método de análisis del ferrocromo), 277.
Gambir (II), 582.
Gasparini (Método para el análisis de la carne) (II), 26.
Gautier (Regla) (II), 264.
Gay-Lussac (Alcohómetro) (II), 329.
Gay-Lussac (Método de análisis de la plata), 381.
Gelatinas de fruta (II), 207.
Gerber (Acidobutirómetro) (II), 34, 53.
Gerber (Butirómetro para queso) (II), 63.
Green (Investigación de la naturaleza del tinte de fibras, hilados y tejidos) (II), 646.
Green (Método de identificación de los colores orgánicos artificiales) (II), 589.
Gigli (Método de determinación de la alcalinidad del agua), 7.
Gin (II), 383.
Girard (Ensayo para las materias colorantes del vino (II), 277.
Glaser (Método de determinación de Fe y Al en los fosfatos), 176.
Glicerina bruta, 620.
— pura, 626.
Glicerinas, 620.
Glicorzo (II), 198.
Glucosa (II), 194.
Goldenberg - Géromont (Método de determinación del ácido tartárico), 57.
Goppel y Fränkel (Método de análisis del cloruro estannoso, 110.
Grado alcohólico (II), 247, 321.
Grado alcohólico deducido del peso específico (Tabla) (II), 327.
Grado alcohólico (Tabla para el cálculo) (II), 248.
Grado alcohométrico Gay-Lussac (Tabla de corrección) (II), 330.
Grado alcohométrico Tralles (Tabla de corrección) (II), 334.
Grado de curtido (II), 507.
— de fermentación (en la cerveza) (II), 231.
Grado de oxidación (de los aceites), 529.
Grado sacarométrico (en la cerveza) (II), 230.
Grado termosulfúrico, 527.
Grados alcalimétricos, 94.
— Brix (II), 120.
— Brix (Tablas de relaciones entre los grados Brix y el p. esp.) (II) 121, 124.
Grados clorométricos, 107
— de viscosidad, 476.
— hidrotimétricos, 7.
— refractométricos (II), 50.
— sacarométricos (II), 119.
Grafito (II), 557.
Grasa de cerdo, 565.
— de hueso, 572.
— de illipé, 561.
— de Mahwa, 561.
— de Mowrah, 561.
— de stillingia, 560.
Grasas, 497.
— animales, 561.
Grasas de animales terrestres (Tabla de caracteres), 575.
Grasa de lana, 588.
Grasas vegetales, 555.
— vegetales (Tabla de caracteres), 558.
Griess (Reactivo), 8.
Grimaldi (Reacción de la esencia de resina) (II), 431.
Grofo, 116.
Guanos, 188.
Günther (Método de análisis del zinc), 329.
Gutapercha (II), 455, 466.

H

Hager (Método para determinar el p. esp. de la cera), 582.
Hamel (Método de determinación del ácido acético), 44.
Harinas (II), 67.
— (Ejemplos de composición) (II), 96, 97.
— de hueso, 176.
Halphen-Gastaldi (Reacción del aceite de almidón), 534.
Halphen - Grimaldi (Reacción de la esencia de pino) (II), 433.
Halphen y Grimaldi (Reacción de la esencia de trementina) (II), 431.
Halphen (Reacción del aceite de algodón), 533.
Halphen (Reacción del aceite de resina) (II), 442.
Halphen (Reacción de los octobromocompuestos), 576.
Halphen (Reactivo brómico), 545.
Halphen (Regla) (II), 262.
Harinas lacteadas (II), 217
Harries-Fendler (Método de determinación del caucho) (II), 457, 464.
Hauchecorne (Reacción cromática), 530.
Hausmannita, 134.
Heces de vino, 56.
Hefner (Lámpara), 464,
Hehner (Indice), 514.
Heintz y Hener (Tabla), 522.

Hematina (II), 567.
Hematoxilina (II), 567.
Hempel (Bomba calorimétrica), 416.
Heussler y Engler (Determinación del azufre en el petróleo), 467.
Herzfeld (Método de determinación del azúcar invertido) (II), 186.
Herzfeld (Tabla de correspondencia entre el azúcar invertido y el Cu pesado) (II), 187.
Herzfeld y Windisch (Aparato para el análisis de los espíritus) (II), 353.
Hydenreich (Reacción cromática), 530.
Hidrato de bario, 80.
— de cromo, 126.
— de potasio, 137.
— de sodio, 140.
Hidrosulfito A X (reactivo) (II), 648.
Hidrosulfito B (reactivo) (II), 648.
Hidrosulfito B X (Reactivo) (II), 672.
Hidrosulfitos, 122.
Hidrotimetría, 3.
Hierro, 221.
— (Ejemplos de análisis), 248.
Hígado de azufre, 151.
Hilados (II), 607.
Hilados (Determinación de la resistencia) (II), 713
Hilados (Determinación del título) (II), 713.
Hilados (Examen físico mecánico) (II), 712.
Hilados (Examen microscópico) (II), 607.
Hoffman - Hilger (Reacción del cornezuelo de centeno) (II), 82.
Hogazas de semillas oleaginosas, 188.
Hojalata, 344.
Holde (Método de determinación de la parafina en el petróleo), 454.
Holde (Método para la determinación de la parafina), 487.
Holde (Método de reconocimiento de los benzoles), 459.
Holde (Reacción del aceite de resina) (II), 441.
Hollard y Bertiaux (Método de determinación del S en el Sb), 341.
Hönig - Spitz - Jörgensen (Método de determinación del ác. bórico), 33.
Hipoclorito de potasa, 108.
Hipoclorito de sosa, 108.
Hiposulfito de sodio, 154.
Hiraldita, 122.
Hübl (Método de determinación del número de yodo), 510.
Huesos, 176.
Hulla, 419.

I

Impermeabilización de tejidos (Investigación) (II), 699.
Indice crioscópico (II), 38.
— de acetilacidez, 509.
— de acetilo, 509.
— de acetilsaponificación, 509.
Indice de acidez, 502.
— de los ácidos insolubles y fijos, 514.
Indice de los ácidos volátiles, 507.
Indice de hidraulicidad, 208.
Indice de saponificación, 505.
Indice termosulfúrico, 527
— de yodo, 510.
— de yodo absoluto, 514.
Indigo (II), 572.
— (Determinación cuantitativa sobre las fibras), (II), 690.
Indigotina (Determinación en el indigo) (II), 573.
Inversión (II), 157.
— (en el vino) (II), 266.
Iwanow (Método de determinación del ácido sulfúrico libre), 141.

J

Jabones, 613.
Jägerschmidt (Reacción cromática de la miel) (II), 224.
Jaleas de fruta (II), 207.
Jarabes (II), 178.
Jarabes de almidón (II), 194.
Jarabes de fécula (II), 194.
— de fruta (II), 207.
Jean (Método de determinación del ácido sulfúrico en el cuero de determinación del ácido bórico) (II), 509.

K

Kapok (Caracteres microscópicos) (II), 619.
Kino (II), 582.
Kirsch (II), 378.
Kjeldahl - Jodlbaur (Método), 166, 167.
Kjeldahl-Ulsch (Método), 166.
Klason y Norton (Tabla), 62.
König (Ensayo para las materias colorantes del vino) (II), 277.
König (Método para determinar la celulosa) (II), 87.
Koppeschaar (Determinación de los fenoles), 445.
Köttstorfer (Grados), 504.
Krämer y Böttcher (Método de determinación de los benzoles), 460.
Kubel (Método de determinación de las substancias orgánicas), 9.

L

Lacas (II), 560.
Lactato de potasio, 123.
Lactatos de antimonio y sodio o calcio, 153.
Lactodensímetros (II), 32.
Lactolina, 123.
Lactonas (en las grasas), 516.
Lana (Distinción entre productos brutos y blanqueados) (II), 711.
Lana vegetal (Caracteres microscópicos) (II), 619.
Landolt (filtrarrayos) (II), 142.
Landolt (Reacción de), 444.
Lanolina, 589.
Lanas (Caracteres microscópicos) (II), 619.
Larixolina (II), 428.
Latones al aluminio, 311.
— al estaño, 310.
— al hierro, 311.
— al manganeso, 310.

Latones al manganeso (Ejemplos de análisis), 311.
Latones al plomo, 310.
— complejos, 312.
— comunes, 304.
— (Ejemplos de análisis), 309.
Latones especiales, 309.
Laurent (Polarímetro) (II), 134.
Le Chatelier (Volumenómetro), 209.
Leche (II), 31.
— condensada (II), 45.
— conservada (II), 44.
— en panes (II), 45.
— en polvo (II), 45.
— pastorizada (II), 44.
Leches genuinas (tabla de datos límites) (II), 42.
Ledebur (Método colorimétrico), 236.
Lewis Thompson (Calorímetro), 409.
Leys (Método para el análisis de la cera), 584.
Licores (II), 384.
Liebig (Ensayo para reconocer los aldehidos en los espíritus) (II), 346.
Liebig (Método para el análisis de extractos de carne) (II), 22.
Lignito, 419.
Lignitos (Ejemplos de análisis), 420.
Lino (Caracteres microscópicos) (II), 615.
Lino de Nueva Zelanda (Caracteres microscópicos) (II), 618.
Lintner (Método para el análisis de las harinas) (II), 89.
Líquido molibdico, 182.
Litopón (II), 529.
Livache (Método para determinar la absorción del O por los aceites), 528.
Loges (Método), 181.
Lovibond (Tintómetro) (II), 486.
Löwe (Líquido) (II), 639.
Löwenthal (Método de análisis de los productos tánicos) (II), 483.
Lubrificantes consistentes, 491.
Lubrificantes emulsivos, 495.
Luck (Determinación del antraceno), 442.
Lummer y Brodhun (Fotómetro), 464.
Lund (Reacción sobre la miel) (II), 224.
Lunge (Método de análisis del aluminato de sodio), 67.
Lunge (Método de análisis del oleum), 54.
Lunge (Método de análisis del nitrito sódico), 130.
Lunge (Método de análisis de las piritas), 77.
Lunge (Método de determinación del bióxido de manganeso), 134.
Lunge (Método nitrométrico), 173.
Lunge y Cedercreutz (Método de análisis del carburo de calcio), 98.
Lunge y Marchlewski (Método de análisis del ácido nítrico), 49.
Luz monocromática (II), 134.

M

Magisterio de azufre, 76.
Magnalio, 374.
Magnesia, 124.
Magnesita calcinada, 124.
Mahler (Bomba calorimétrica), 412.
Mahler (fórmula del poder calorífico), 408
Maikol (II), 428.
Maillechort, 363
Maltosa (II), 198.
Malligand (Ebulloscopio) (II), 247.
Manganita, 134.
Mangold y Marazza (Tabla), 521.
Manteca (II), 49.
— artificial (II), 60.
— de cacao, 555.
— de cerdo 565.
— de illipé, 561.
— de Mowrah, 561.
— de suero (II), 60.
— (Tabla de la composición media) (II), 60.
Manteca (Tabla de reacciones de las substancias colorantes) (II), 56.
Manzella-Levi (Método de análisis del mineral de azufre), 73.
Marcusson (Método de determinación del agua en el petroleo), 453.
Margarina (II), 60.
— de algodón, 535.
Margas, 189.
Marsh (Método para investigar el As) (II), 27.
Masas cocidas (en la industria del azúcar) (II), 180.
Materiales aglomerantes de construcción, 189.
Materias tánicas (II), 468.
Maumené (Indice), 527.
Mazapán (II), 219.
Meinecke-Carnot-Goutal (Método de determinación del azufre en el hierro), 242.
Meissl (Tabla de correspondencia entre el azúcar invertido y el Cu pesado) (II), 153.
Meissl y Hiller (Método de determinación del azúcar invertido) (II), 187.
Meissl y Hiller (Tabla de factores para el cálculo del azúcar invertido (II), 188.
Melazas (II), 181.
Mermeladas (II), 207.
Messinger (Método de determinación de la acetona), 63.
Metabisulfito de potasio. 85.
Metabisulfito de sodio, 86.
Metales, 221.
— blancos, 353.
— — (Ejemplos de análisis), 359.
Metileno, 61.
Meyerhofer (Método de determinación de la magnesia), 125.
Mezclas frigoríficas (empleadas en análisis), 477.
Microscopio (Normas prácticas) (II), 69.
Michaelis (Volumenómetro), 206.
Miel (II), 221.
Milliau-Armani (Reacción del aceite de algodón), 532.
Milliau-Tortelli-Rugge-

ri (Reacción del aceite de algodón), 533.
Millon (Método para determinar la celulosa) (II), 86.
Millon (Reactivo para el ácido salicílico) (II), 236.
Mineral de azufre, 71.
Minio (II), 538.
— anaranjado (II), 538.
— de hierro (II), 534.
Mixtura magnesiana (Reactivo), 168, (II), 284.
Módulo hidráulico, 208.
Mohr (Centímetros cúbicos) (II), 137.
Molibdato amónico (Reactivo), 182, (II), 284.
Morawski (Reacción del aceite de resina) (II), 442.
Morawski (Reacción para reconocer los aceites de resina), 481, 525.
Mordientes de cromo, 126.
— de estaño, 109.
— de hierro, 128.
Mordiente para negro, 29.
Mordientes (Investigación en los tejidos) (II), 651, 674.
Mylius y Fromm (Método de análisis del zinc), 328.

N

Naftalina, 441.
Naranja de Marte (II), 537.
Negro de acetileno (II), 557.
Negro de alquitrán (II), 557.
Negro de bergamota (II), 405.
Negro de esquisto (II), 557.
— de lámpara (II), 557.
— de hueso, 176.
Negro de humo (II), 557.
— de lignito (II), 557.
— de resina (II), 557.
— de tintoreros, 29.
— de turba (II), 557.
Negros a base de carbón (II), 557.
Negros animales (II), 557.
— vegetales (II), 557.
Nessler (Reactivo), 8.
Nicol (II), 133.
Níquel, 359.
Niquelado, 398.
Níquel (Ejemplos de análisis), 362.
Nitrato de calcio, 175.
— de hierro, 128.
— de plata, 128.
— de potasio, 129, 175.
— de sodio, 130, 172.
— mercúrico (Reactivo) (II), 301.
Nitrito de sodio, 130.
Nitro, 129.
Nitroacetato de cromo, 126.
Nitrobencina, 131.
Nitrobenzol, 131.
Nitro de Chile, 172.
Nitrómetro, 173.
Nitromuriatos de estaño, 109.
Número de acetilacidez, 509.
Número de acetilo, 509.
— de acetilsaponificación, 509.
Número de acidez, 502.
— de saponificación, 505.
— de yodo, 510.
— — absoluto, 514.
— de los ácidos insolubles y fijos, 514.
Número de los ácidos volátiles, 507.
Número de los éteres, 506.

O

Ocres (II), 537.
Octobromocompuestos (Reacción de los), 576.
Oleína, 601.
— de la grasa de lana, 603.
Oleomargarina, 565.
Oleum, 53.
Orín, 128.
Oro, 388.
— plata y cobre (Aleaciones), 394.
Oro y cobre (Aleaciones), 388.
Oxalato de potasio, 131.
Oxalatos dobles de antimonio y potasio o sodio o amonio, 153.
Oxiácidos (en las grasas), 516.
Oxidado, 400.
Oxido de magnesio, 124.
— de zinc (Véase Blanco de zinc).
Ozoquerita, 489.

P

Packfong, 363.
Palo amarillo (II), 563.
— del Brasil (II), 563.
Palos tintóreos (II), 564.
Pan (II), 98.
— (Caracteres microscópicos) (II), 99.
Pandermita, 87.
Papel almidoyodado, 39.
— almidoyodurado, 107.
— de curcumina (Reactivo) (II), 11.
Papel de estaño, 352.
Parafinas, 486.
Paranitrofenilhidracina (Reactivo) (II), 358.
Pardo de Marte (II), 537.
Pasta normal (para ensayos técnicos de cales y cementos), 210.
Pastas alimenticias (II), 104.
Pastas alimenticias (Tabla de investigación sistemática de las substancias colorantes) (II), 108.
Patent oil (II), 428.
— turpentine (II), 428.
Pelo de conejo (Caracteres microscópicos) (II), 623.
Pellet (Método de análisis de las remolachas) (II), 171.
Pellet (Método de determinación de la cal en los zumos defecados) (II), 177.
Perborato de sodio, 132.
Permanganato de potasio, 132.
Peróxido de bario, 133.
— de manganeso, 133.
— de sodio, 135.
Persulfato amónico (Reactivo) (II), 648.
Persulfato de amonio, 136.
— de potasio, 136.
— potásico (Reactivo) (II), 648.
Petróleo bruto, 451.
— de alumbrado, 461.
Pensky-Martens (Aparato), 472.
Pez, 432.
Picnómetros (II), 325.
Pieles (II), 500.
Pinolina (II), 440.
— (Reconocimiento en la

esencia de trementina) (II), 431.
Piridina, 447.
Piritas, 77.
Pirolignito de cal, 27.
— de hierro, 28.
— de plomo, 29.
Pirolusita, 133.
Pirosulfito de sodio, 86.
Pita (Caracteres microscópicos) (II), 617.
Plata, 375.
— alemana, 363.
Plateado, 397.
Platería falsa, 366.
Plombagina (II), 557.
Plomo, 331.
— (Ejemplos de análisis), 335.
Plomo endurecido, 335.
— — (Ejemplos de análisis), 339.
Plomo y estaño (Aleaciones), 349.
Plumbado, 399.
Poder calorífico, 407.
— cubriente (II), 517.
— diastásico (II), 199.
— licuefactor (II), 199.
— rotatorio (determinación en los azúcares) (II), 131.
Polarímetros (II), 133.
— de penumbra, 134.
Polisulfuros de potasio, 151.
Polvo de piel (Reactivo) (II), 479.
Potasa, 90.
— cáustica, 137.
Prisma de Nicol (II), 133.
Procter (Método de análisis de los productos tánicos) (II), 481.
Productos químicos, 23.
— tánicos (II), 468.
— — (Ejemplos de composición) (II), 487.
Productos tánicos (Tabla de reacciones) (II), 472.
Prusiato amarillo, 119.
— rojo, 119.
Psilomelano, 134.
Pulpas agotadas (de las azucareras) (II), 192.
Púrpura de índigo (II), 578.
Púrpura de Marte (II), 537.
Purpurina (II), 579.
Puzolanas, 199.
— y materias análogas (Ejemplos de análisis), 205.

Q

Quercetina (II), 571.
Quercitrón (II), 564.
Queso (II), 60.
Quetsch (II), 378.
Quevenne (Lactodensímetro, (II), 32.

R

Ramio (Caracteres microscópicos) (II), 616.
Refractómetros (II), 392.
Reichert-Meissl (Número o índice), 507.
Reich y Mc Cay (Método de determinación del As en las piritas), 79.
Reinhardt (Método de análisis de los aceites de anilina), 70.
Remolachas (II), 169.
Residuos del petróleo, 484.
Resinatos (II), 438.
Revestimientos metálicos, 396.
Richardson y Allaire (Tabla), 45.
Rimini (Reacción para el formaldehido) (II), 11.
Rocques (Método calorimétrico, para la determinación de los alcoholes superiores en los espíritus) (II), 350.
Rodanato de amonio, 149.
Rojo Congo (Papel reactivo), 448.
Rojo de alizarina (II), 579.
— de Marte (II), 537.
— de Venecia (II), 535.
— inglés (II), 534.
Rojos de cromo (II), 533.
Rollet-Campredon (Método de determinación del azufre en el hierro), 242.
Romeo y Moricca (Método de destilación fraccionada (II), 407.
Ron (II), 376.
— (Ejemplos de análisis) (II), 377.
Rongalita, 122.
Röse (Método para determinar los alcoholes superiores en los espíritus) (II), 352.
Rose-Gottlieb (Método para determinar la grasa en la leche) (II), 35.
Rota-Buzzi (Método de análisis de los colores orgánicos artificiales), (II), 597.
Rubia (II), 564.
Ruggeri (Reacción de la dulcina (II), 386.

S

Sacarímetros (II), 136.
— de compensación (II), 137.
Sacarina (Reconocimiento en los licores) (II), 384.
Sacarómetros (II), 127.
Sachs-Le Docte (Método de analisis de las remolachas) (II), 171.
Sal común, 115.
Salchichería (Ejemplos de composición) (II), 14.
Sal de acederas, 132.
Sales de Stassfurt, 184.
Sal dura, 184.
Sales potásicas para abono, 184.
Salina potásica, 186.
Salleron (Vinocolorímetro) (II), 273.
Sándalo rojo (II), 563.
Sangajol (II), 428.
Santorín, 200.
Saponificación, 501.
Scheibler-Dietrich (Aparato), 193.
Schepper y Geitel (Tabla para el contenido en estearina de las olefinas), 602.
Schidrowitz (Método acidimétrico) (II), 313.
Schiff (Reactivo) (II), 362, 346.
Schimmel (Método de análisis de la esencia de limón) (II), 411.
Schimmel (Método de investigación del acetato de terpinilo) (II), 408.
Schmid Bondzynski (Método para determinar la grasa en el queso) (II), 63.
Schulze-Tiemann (Método de determinación del nitrógeno), 164.
Schulze-Trommsdorff (Método de determinación de las substancias orgánicas), 10.

Schumann (Volumenómetro), 208.
Sebo, 561.
— de la China, 560.
— vegetal, 560.
Secantividad de los aceites, 528.
Sedas artificiales (Caracteres microscópicos) (II), 625.
Sedas naturales (Caracteres microscópicos) (II), 624.
Sedas vegetales (Caracteres microscópicos) (II), 619.
Shukoff (Aparato), 487.
Silicato de potasio, 139.
— de sodio, 138.
Silicospiegel, 276.
Silvestreno (Reacción) (II), 432.
Silvinita, 184.
Sisal (Caracteres microscópicos (II), 617.
Slivovitz (II), 378.
Soapstock, 535.
Soldaduras de estaño, 349.
Soldaini (Licor o líquido) (II), 150.
Soldaini y Berté (Método de análisis de la esencia de limón) (II), 411.
Soleil (Escala sacarimétrica) (II), 136.
Solución acética de monocloruro de yodo (Reactivo), 512.
Soluciones de estaño, 109.
Sonda de consistencia, 210.
Sosa, 92.
— cáustica, 140.
Soxhlet (Tabla de correspondencia entre la lactosa y el Cu pesado) (II), 154.
Spence (Método de determinación del caucho), (II), 457.
Spiegel, 269.
Sprengel (Picnómetro) (II), 326.
Stammer (Colorímetro), 461.
Stammer-Gerlach (Tablas sacarométricas) (II), 128, 129.
Storch (Método para determinar los aceites de resina), 481.
Substancias colorantes (II), 515.
Substancias tánicas (II), 468.
Sulfato de aluminio, 140.
— — y potasio, 143.
— de amonio, 143, 172.
— de cobre, 143.
— de cromo, 126.
— de magnesio, 146.
— de potasio, 146.
— de sodio, 147.
— férrico, 128.
— ferroso, 145.
Sulfinímetro Chancel, 75.
Sulfito de sodio, 148.
Sulfoacetato de cromo, 126.
Sulfoacetatos de aluminio, 25.
Sulfocianuro de amonio, 149.
Sulfomuriatos de estaño, 109.
Sulforricinatos, 598.
Sulfoxilato de sodio, 122.
— de zinc, 123.
Sulfurímetro Chancel, 75.
Sulfuro de carbono, 150.
— de potasio, 150.
— de sodio, 151.
Superfosfatos, 178.

T

Talgol, 597.
Tamarindos (II), 210.
Tanino (II), 487.
Tártaro emético, 152.
Tártaros, 56.
Tartrato de antimonio y potasio, 152.
Tartrato de calcio, 56.
Tejidos (II), 607.
— (Determinación de la resistencia (II), 713.
Tejidos (Examen físico-mecánico) (II), 712.
Tejidos (Examen microscópico) (II), 607.
Tejidos impermeables (II), 699.
Tejidos mixtos (II), 636.
— pegamoidados (II), 701.
Termoleómetros, 527.
Terpol (II), 428.
Tetmajer (Sonda), 210.
Tetracloruro de carbono, 153.
Tetraoxalato de potasio, 132.
Tierra de Cassel (Véase Tierra de Colonia).
Tierra de Colonia (II), 556.
Tierra de Siena (II), 555.
— de Verona (II), 553.
— sombra (II), 555.
— verde (II), 553.
Tinta tipo (II), 498.
Tintas (II), 490.
Tintes (Determinación de la resistencia) (II), 693.
Tintómetro 486.
Tintura alcohólica de guayaco (Reactivo) (II), 378.
Tintura de cúrcuma (Reactivo) (II), 79.
Tiocionato de amonio, 149.
Tiosulfato de sodio, 154.
Toluidina líquida, 71.
Tollens-Krüger (Método para la determinación de las pentosanas) (II), 90.
Tortelli (Termoleómetro), 527.
Tortelli-Fortini (Ensayo sobre los ácidos grasos), 542.
Tortelli y Jaffe (Reacción para los aceites de peces), 577.
Tortelli-Ruggeri (Método para determinar los ácidos aráquico y lignocerínico), 537.
Tortelli y Ruggeri (Método de análisis de las grasas), 518.
Tralles (Alcohómetro) (II), 329.
Trass, 200.
Treadwell (Valoración de una solución de yodo) 245.
Trementina (II), 424.
Tubos sacarimétricos (II), 142.
Tungstato de sodio, 154.
Turba, 418.
— (como abono), 188.
Twitchell (Método para la determinación de la resina), 525.

U

Uhlenhutt (Reactivo para el cobre) (II), 356.
Ultramar (II), 545.
Ulzer (Método de análisis del persulfato), 136.
— *y Seidel* (Método de análisis del ácido láctico), 48.

V

Vanadiato de amonio, 154.
Vaselinas, 485.
Ventzke (Escala sacarimétrica) (II), 136.
Verde Arnaudon (II), 551.
— de Brema (II) 549.
— de cromo (II), 551.
Verde Guignet (II), 551.
Verde de montaña (II), 549.
Verde de Schweinfurt (II), 549.
Verde Plessy (II), 551.
— Schnitzer (II), 551.
Verdes a base de cobre (II), 549.
Verdes de cromo mixtos (II), 552.
Verdes de zinc (II), 552.
Vicat (Aguja), 211.
Vidrio soluble, 138.
Villavecchia y Fabris (Reacción del aceite de sésamo), 554.
Vinagre (II), 310.
Vino (II), 243.
Vino (Examen microscópico) (II), 303.
Vinocolorímetro (II), 273.
Violeta de Marte (II), 537.
Vicosímetros, 474.
Vogl (Mezcla, Reactivo) (II), 81.
Volhard (Método de determinación del cloro), 13.
Volhard (Método de análisis de la plata), 379.
Volhard (Método de determinación del manganeso), 270.

W

Wagner (Método de determinación del anhídrido fosfórico), 182.
Walbrun (Ensayo de la trementina) (II), 426.
Warington (Método de determinación del plomo en el ácido cítrico), 35.
Wein (Tabla de correspondencia entre la maltosa y el Cu pesado) (II), 154.
Westphal (Balanza) (II), 323.
Whisky (II), 383.
Windisch (Ensayo de los aldehidos con la metafenilendiamina) (II), 346.
Winkler (Eléctrodos) 288.

Y

Yeso, 216.
Yodo, 155.
Yodo y ácido sulfúrico (Reactivo microquímico) (II), 608.
Yoduro de metileno (Solución), 208.
Yoduro de potasio, 156.
Yute (Caracteres microscópicos) (II), 617.

Z

Zeiss (Butirorrefractómetro) (II), 50.
Zinc, 327.
Zinc amalgamado (Reactivo), 303.
Zinc (Ejemplos de análisis), 330.
Zinc (Polvo de), 331.
Zincado, 399.
Zumos de difusión (II), 174
Zumos defecados (II), 177.
— densos (II), 178.
— de limón y otros agrios, 37.
Zwetschenbranntwein (II) 378.

ÍNDICE ANALÍTICO

Págs.

CAP. I.—**Carne y sus preparados** 1

Carne 1
Embutidos. 4
Tabla I. Ejemplos de composición de productos de salchichería italiana 14
Extractos de carne 15
Carnes conservadas en latas 24

CAP. II.—**Leche y sus derivados** 31

Leche 31
Tabla II. Datos límites para las leches genuinas italianas . . . 42
Leche conservada 44
Manteca 49
Tabla III. Reacciones distintivas de las substancias colorantes para la manteca 56
Tabla IV. Composición media de la manteca 60
Manteca de suero 60
Manteca artificial 60
Queso 61

CAP. III.—**Harinas, almidones y productos derivados** 67

Harinas. 67
Tabla V. Ejemplo de la composición de los productos de la molienda de granos tiernos y duros. 96
Tabla VI. Ejemplo de la composición de harinas de otros cereales. 97
Pan 98
Pastas alimenticias 104
Tabla VII. Investigación sistemática de los colores amarillos orgánicos artificiales en las pastas 108
Almidones y féculas 109
Dextrina 113

CAP. IV.—**Azúcares y productos que los contienen** 118

Métodos generales 118
Método areométrico 118
Tabla VIII. Relación entre los grados Brix y el peso específico a 17°,5. 121
Tabla IX. Relación entre los grados Brix y el peso específico a 20° 124
Tabla X. Correcciones al grado aparente en peso para referirlo a 17°,5 C 128
Tabla XI. Correcciones al grado aparente en peso para referirlo a 20° C. 129
Método refractométrico 129
Tabla XII. Relación entre el índice de refracción y la concentración de las soluciones sacarinas 130
Tabla XIII. Correcciones del índice de refracción hallado a temperatura diversa de 20° para obtener el índice a 20°. 131

Págs.

Método polarimétrico 131
Método químico. 149
Tabla XIV. Glucosa correspondiente al cobre pesado (Allihn) . . 153
Tabla XV. Azúcar invertido correspondiente al cobre pesado (Meissl) 153
Tabla XVI. Maltosa correspondiente al cobre pesado (Wein) . . 154
Tabla XVII. Lactosa hidratada correspondiente al cobre pesado (Soxhlet). 154
Tabla XVIII. Constantes de los principales azúcares 156
Determinación de los azúcares en presencia unos de otros. 157

Parte especial. 167

Materias primeras y productos de la industria del azúcar. 167
Remolachas 169
Zumos de difusión 174
Zumos defecados 177
Zumos densos y jarabes. 178
Masas cocidas 180
Melazas. 181
Azúcares brutos. 183
Tabla XIX. Por ciento de azúcar invertido en el azúcar, correspondiente al cobre pesado, empleando 10 gramos de substancia (Herzfeld) 187
Tabla XX. Factores para el cálculo del azúcar invertido en los azúcares que contienen más del 1 % (Meissl y Hiller). 188
Azúcares refinados. 192
Pulpas agotadas. 192
Aguas de desecho y de lavado. 193
Barros 194
Otros azúcares 194
Glucosa. 194
Maltosa. 198
Azúcar invertido 200
Productos que contienen azúcar. 200
Confituras secas. 200
Frutas en almíbar. 206
Mermeladas 207
Tamarindos 210
Chocolate 211
Confites. 216
Bolas de goma 217
Bizcochos y harinas lacteadas 217
Mazapán 219
Citratos de magnesia. 220
Miel 221

CAP. V.—**Cerveza**. 227

Determinación del peso específico. 228
» del alcohol. 228
» del extracto 229
Cálculo del grado sacarométrico. 230
» del grado de fermentación. 231
Determinación y examen de las cenizas. 232
» de la acidez 232
» del anhídrido carbónico. 233
» de la glicerina 234
» de la maltosa. 234
» de la dextrina. 234
» de las substancias nitrogenadas. 235
Reconocimiento y determinación de las substancias antisépticas. . . 235

Págs.

Reconocimiento de las substancias dulcificantes artificiales 237
» de las substancias amargas extrañas 238
» de los metales nocivos 238
» de la pastorización 238
Examen microscópico 239

CAP. VI.—**Vino** 243

Examen organoléptico 245
Determinación del peso específico 246
» del alcohol 246
Tabla XXI. Cálculo del grado alcohólico 248
Determinación del extracto 252
Tabla XXII. Cálculo del extracto total 253
Determinación de las cenizas 258
» de la alcalinidad total de las cenizas 259
» de la acidez 260
» del ácido tartárico total 264
» de los azúcares 265
Reconocimiento de la dextrina y de la glucosa impura 269
Determinación de la glicerina 270
» de la intensidad colorante 273
Reconocimiento de las materias colorantes extrañas 275
Determinación de los sulfatos 279
» de los cloruros 281
Investigación de los nitratos 282
Determinación del ácido fosfórico total 283
Investigación del ácido cítrico 286
» de los ácidos minerales libres 286
Tabla XXIII. Cálculo de las razones $a : b$ 290
Investigación y determinación de las substancias antisépticas . . . 291
» de las substancias dulcificantes artificiales 298
» y determinación de los metales extraños 301
Examen microscópico 303
Vinagre 310

CAP. VII.—**Espíritus y licores** 319

Métodos generales 320
Caracteres organolépticos 320
Determinación del alcohol 321
Tabla XXIV. Grado alcohólico deducido del peso específico . . . 327
Tabla XXV. Corrección del grado alcohométrico Gay-Lussac para referirlo a 15° C 330
Tabla XXVI. Corrección del grado alcohométrico Tralles para referirlo a 15°,56 C 334
Determinación del extracto y de las cenizas 338
Investigación y determinación de las impurezas 338
Tabla XXVII. Tabla para la dilución de 100 cm³ de un alcohol de 100° a 90°,1 para darle la graduación de 90° 339
Tabla XXVIII. Cm³ de alcohol de 90° que hay que agregar a 100 cm³ de un alcohol de 30 a 49°,9 para darle la graduación de 50° 341
Tabla XXIX. Cm³ de agua que hay que agregar a 100 cm³ de un alcohol de la graduación de 50°,1 a 100° para darles la graduación de 50° 342
Investigación y determinación de los metales 356
» de los desnaturalizantes 356
Rebusca y determinación del alcohol metílico 366
Parte especial 369
Alcoholes industriales 369

Pags.

Tabla XXX. Ejemplos de análisis de alcoholes industriales. . . 370
Aceites amílicos. 371
Aguardientes. 372
Tabla XXXI. Ejemplos de análisis de aguardientes. 373
Coñac 373
Tabla XXXII. Ejemplos de análisis de coñac. 376
Ron 376
Tabla XXXIII. Ejemplos de análisis de ron. 377
Aguardientes de fruta 378
Tabla XXXIV. Ejemplos de análisis de aguardientes de fruta. . 382
Aguardientes de cereales 383
Tabla XXXV. Ejemplos de análisis de whisky y gín. 383
Licores. 384

CAP. VIII.—**Aceites esenciales.** 389

Métodos generales 390
Caracteres organolépticos. 390
Peso específico 390
Poder rotatorio. 391
Índice de refracción 392
Punto de solidificación. 393
» de ebullición.—Destilación fraccionada. 394
Solubilidad 395
Determinación de los éteres por saponificación. 395
» de los alcoholes libres (acetilación). 397
Investigación y determinación de los aldehidos. 398
Determinación de los fenoles. 400
Investigaciones especiales. 400
Parte especial. 403
Esencias de agrios 404
Esencia de naranja agria 404
» » dulce (portugal) 404
» de bergamota 405
» de limón 410
Otros aceites esenciales 414
Tabla XXXVI. Caracteres y composición de los aceites esenciales más comunes. 416

CAP. IX.—**Trementina y sus productos.** 424

Trementina 424
Esencia de trementina 427
Colofonia 435
Aceites de resina 440

CAP. X.—**Barnices.** 445

Ensayos prácticos. 446
Análisis químico. 446
Tabla XXXVII. Densidad y temp. de ebull. de algunos disolventes para barnices. 451
Tabla XXXVIII. Caracteres de algunos disolventes para barnices 451

CAP. XI.—**Caucho y gutapercha.** 455

Caucho en bruto y depurado 456
Factis 459
Caucho vulcanizado y manufacturado 461
Ebonita. 465
Gutapercha 466

Págs.

CAP. XII.—**Productos tánicos** 468

Materias primas y extractos tánicos 468
Examen cualitativo 468
Tabla XXXIX. Reacciones características de las substancias tánicas más comunes 472
Análisis cuantitativo 475
Tabla XL. Ejemplos de la composición de algunas materias tánicas 485
Tanino 487

CAP. XIII.—**Tintas** 490

Ensayos cualitativos 491
Análisis cuantitativo 495
Pruebas prácticas 497

CAP. XIV.—**Cuero** 500

Cueros al tanino 501
Pruebas físicas y mecánicas 501
Análisis químico 503
Tabla XLI. Ejemplos de análisis de cueros para suela 510
Cueros al cromo 512
Pruebas físicas y mecánicas 512
Análisis químico 512

CAP. XV.—**Substancias colorantes** 515

COLORES MINERALES 515
Métodos generales 516
Ensayos técnicos 516
Análisis químico 521
Parte especial 523
Colores blancos 523
Tabla XLII. Esquema sistemático para el reconocimiento de los colores minerales blancos 524
Albayalde 524
Blanco de zinc 527
Litopón 529
Blanco fijo 531
Tabla XLIII. Esquema sistemático para el reconocimiento de los colores minerales rojos y amarillos 532
Colores rojos y amarillos 533
Amarillos de cromo, rojos de cromo 533
Rojo inglés, minio de hierro 534
Ocres 537
Minio 538
Cinabrio, bermellón 541
Amarillo de cadmio 542
Colores verdes y azules 543
Tabla XLIV. Esquema sistemático para el reconocimiento de los colores minerales azules y verdes 544
Ultramar 545
Azul de Prusia, azul de Turnbull 548
Verdes y azules a base de cobre 549
Verde de cromo 551
Verdes de cromo mixtos 552
Tierra verde 553
Colores pardos, grises y negros 553
Tabla XLV. Esquema sistemático para el reconocimiento de los colores minerales pardos y negros 554

Pags.

Tierra sombra 555
Tierra de Colonia 556
Grafito (Plombagina). 557
Colores negros a base de carbón. 557
Colores metálicos. 560
Lacas 560
Colores orgánicos 563
Palos y cortezas tintóreas y sus extractos. 564
Extracto de campeche. 567
» de palo rojo. 569
» » » amarillo 570
» de quercitrón 571
Índigo 572
Carmín de índigo 578
Alizarina 579
Catecú, gambir 582
Cochinilla. 584
Carmín. 585
Colores orgánicos artificiales. 586
Identificación de los colores 588
Tabla XLVI. Colorantes básicos y básicos con mordiente. . . . 592
Tabla XLVII. Colorantes salinos y al azufre solubles. 593
Tabla XLVIII. Colorantes ácidos y ácidos sobre mordiente. . . 594
Tabla XLIX. Colorantes insolubles en el agua 596
Tabla L. Colorantes reducibles y no reoxidables. 599
Tabla LI. Colorantes reducibles y reoxidables 600
Tabla LII. Colorantes no reducibles amínicos. 601
Tabla LIII. Colorantes no reducibles fenólicos 602
Investigación de las substancias extrañas en los colores 603
Valor tintóreo de los colores 605
Cap. XVI.—**Fibras textiles, hilados, tejidos.** 607
Examen microscópico. 607
Tabla LIV. Caracteres microscópicos de las fibras vegetales . . 613
Tabla LV. Caracteres microscópicos de las fibras animales. . . 620
Examen químico. 626
Tablas LVI, LVII, LVIII, LIX, LX, LXI, LXII. Reconocimiento de los colores orgánicos artificiales sobre lana. . . 655
Tablas LXIII, LXIV, LXV, LXVI, LXVII, LXVIII, LXIX. Reconocimiento de los colores orgánicos artificiales sobre algodón. 675
Examen fisicomecánico. 712

Índice alfabético de los dos volúmenes 715

Colocación de las láminas: Láminas I a V, frente a la página 80; láminnas VI a XI, frente a la página 624.

IMPRESIÓN MANUL - TALLERES OFFSET - SAN SEBASTIAN

GUSTAVO GILI, Editor, C. Universidad, 45-Barcelona

Ejercicios prácticos de Física elemental, por el Dr. J. ESTALELLA, catedrático de Física del Instituto general y técnico de Gerona. Un volumen de 152 páginas, de 16 1/2 × 25 cms., con 38 grabados y numerosas gráficas en color para la resolución de problemas. Encartonado.

Compendio de Electricidad práctica, para uso de los maquinistas, montadores y propietarios de instalaciones eléctricas, por H. SCHOENTJES, profesor de la Universidad de Gante. 2.ª edición. Un vol. de 292 págs, de 20 × 13 cms., con 171 grabados.

Manual práctico del Montador electricista. *Guía para el montaje y dirección de toda clase de instalaciones eléctricas. Curso de Electricidad industrial,* por J. LAFFARGUE. 5.ª edición. Un hermoso volumen de 872 págs., de 19 × 13 cms., con 946 grabados y 4 láminas en colores, encuadernado en cuero artificial.

Tratado de Mecánica industrial, para uso de las Escuelas industriales, de los ingenieros y de los directores de taller, por PH. MOULAN, ampliado por G. GERDAY; versión de la 3.ª edición francesa, aumentada con un capítulo sobre las turbinas hidráulicas, por el Dr. J. ESTALELLA. 2.ª edición. Un vol de 1132 páginas, de 23 1/2 × 15 cms., con 1281 grabados.

Tratado teórico-práctico de construcciones civiles, por C. LEVI, ingeniero, versión por el Dr. E. RUIZ PONSETÍ.

Tomo I. *Materiales de construcción y edificios.* Un vol. de 780 páginas, de 25 1/2 × 16 1/2 cms., con 378 grabados.

Tomo II. *Obras públicas e hidráulicas.* Un vol. de más de 750 págs., de 25 1/2 × 16 1/2 cms., con 480 grabados.

El Dibujo y la composición decorativa, por EDMUNDO COUTY. Un volumen de 23 1/2 × 15 cms., con 462 grabados intercalados en el texto.

Elementos de Matemáticas, obra escrita para los alumnos de las Escuelas profesionales y para los adultos que deseen ampliar su instrucción, por L. TRIPARD, profesor de la Escuela profesional de Armentières. Traducción por JOSÉ M.ª MANTERO. Un volumen de 426 págs., de 20 × 13 cms., con 338 grabados.

Geometría elemental, por el Dr. E. FONTSERÉ. Obra adaptada a la enseñanza de la Geometría en las escuelas primarias. Un vol. de 80 págs., de 20 × 14 cms., con 175 grabados intercalados. En cartoné.

Guía práctica de Topografía usual, por E. LIGER, de la Sociedad francesa de Ingenieros Coloniales, traducida por José M.ª MANTERO, Licenciado en Ciencias. Un vol. de 152 págs, de 20 × 13 cms., con 56 grabados.

Tablas taquimétricas sexagesimales y centesimales, *con aplicación a los levantamientos topográficos y al trazado de curvas en el terreno,* por D. HERMENEGILDO GORRÍA, Ingeniero. Un volumen de 122 páginas, de 12 × 17 cms., con 17 grabados.

La Agricultura al alcance de todos. *Enseñanza gráfica en 33 lecciones, con 600 grabados,* por los profesores D. ZOLLA, A. JENNEPIN y AD. HERLEM. Un magnífico álbum de 116 págs. de 28 × 22 ½ cms., de ellas 49 láminas con excelentes grabados en boj. Encuadernación en cartoné policromado.

Manual de Agricultura, por J. SOLDANI. Traducción del Dr. PEDRO GIRONA. Un vol. de 420 págs., de 20 × 13 centímetros, con 140 grabados y dos láminas en color.

Cuidados del Colmenar. *Calendario del apicultor,* por ED. BERTRAND, versión por M. PONS FÁBREGUES. 2.ª edición. Un volumen de 300 págs., de 20 × 13 cms., con 91 grabados y tres láminas.

Modelos de edificios económicos. *Casas baratas, villas y granjas,* por el ingeniero I. CASALI; versión del Dr. ESTANISLAO RUIZ PONSETÍ. 2.ª edición, aumentada. Un volumen de 408 págs, de 20 × 13 cms., ilustrado con 562 grabados.

Nuevo diccionario enciclopédico ilustrado de la lengua castellana, por MIGUEL DE TORO Y GÓMEZ. Contiene: más de 54,900 palabras, 1,400 artículos enciclopédicos, 840 grabados, 16 mapas y láminas en color y 140 retratos. Un tomo en 8.º mayor, de 1036 páginas, encuadernado en tela.

Nuevo diccionario francés-español y español-francés, por MIGUEL DE TORO Y GÓMEZ; el más completo, más moderno y más barato de todos sus similares. Un tomo en 8.º mayor, de 1179 págs., encuadernado en tela.

Compendio de Neurología y Psiquiatría, por el Dr. HERMANN MAYER, traducido por el Dr. GABRIEL FERRET. Un volumen de 250 págs., de 20 × 13 centímetros.

El catálogo completo de la casa Gustavo Gili, se remite gratis a quien lo solicite.

543

Villavecchia

Química analítica aplicada

II

22797