

En el momento oportuno se determinará por este Departamento la cuantía y vigencia del derecho regulador del siguiente periodo.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos.
Dios guarde a V. I. muchos años.
Madrid, 2 de mayo de 1968.

GARCIA-MONCO

Ilmo. Sr. Director general de Comercio Exterior.

CIRCULAR número 5/1968 de la Comisaría General de Abastecimientos y Transportes por la que se dictan normas para el desarrollo del artículo 23 de la Orden de la Presidencia del Gobierno de 28 de octubre de 1967 sobre análisis de aceites por los Laboratorios.

FUNDAMENTO

El artículo 23 de la Orden de la Presidencia del Gobierno de 28 de octubre último («Boletín Oficial del Estado» número 263, del día 3 de noviembre), reguladora de la campaña oleícola 1967/68, dispone en cuanto se refiere a la realización de análisis en los laboratorios que las determinaciones a efectuar por éstos han de ajustarse a los procedimientos técnicos que se establezcan previamente por esta Comisaría General de Abastecimientos.

Viene indudablemente impuesta tal decisión a fin de corregir en cuanto sea posible la disparidad de criterios observada en los boletines de análisis extendidos por los distintos laboratorios, como consecuencia de que en unas provincias se da validez a una prueba determinada y en otras se la considera sin fuerza probatoria de fraude, acusándose aún más dicha diferencia de apreciación entre los análisis inicial y contradictorio e incluso dirimente practicados en un mismo expediente en tramitación.

Se pretende con ello conseguir un trato de igualdad para todas las personas físicas y jurídicas implicadas en la comercialización de los aceites en sus diferentes escalones no sólo en el acto de la realización de los análisis, sino también en el momento en que deben sustanciarse las actuaciones para fijar la responsabilidad exigible por los fraudes puestos de manifiesto en los dictámenes de los laboratorios.

Con la unificación de las determinaciones a realizar en los análisis de aceites se logrará la evidente ventaja de centrar todas las actuaciones en la comprobación de las características fisicoquímicas de los caldos reconocidos por medio de unos procedimientos técnicos garantizados y reproducibles que por un lado ofrezcan seguridad a la industria y al comercio de actividad honesta y por otra parte no permitan subterfugios o salidas hábiles en razón al empleo de técnicas imperfectas como venía sucediendo hasta ahora en muchos casos. Se ha omitido deliberadamente todas aquellas otras que sin desconocer el gran valor e importancia que tienen en el reconocimiento de las materias grasas constituyen técnicas más laboriosas que exigen para su ejecución un instrumental costoso y/o un personal altamente especializado, lo cual no se puede pretender exista en todos los laboratorios que se ocupan en el país de la vigilancia comercial alimentaria.

Así, al estar señaladas al propio tiempo unas especificaciones comerciales concretas en las circulares reguladoras de las campañas oleícolas, pueden completarse perfectamente con las actuaciones analíticas, en la comprobación por métodos previamente señalados de que las muestras sometidas a investigación presentan las características físicas y químicas exigibles al producto de que se trata para ser vendido bajo la denominación comercial exhibida.

Lógicamente las pruebas analíticas que se señalan en la presente Circular son en todo caso de realización viable en los laboratorios normalmente dotados de material, por lo que no deberán ser utilizados aquellos que no estén en condiciones técnicas de efectuar las determinaciones que se exigen.

Por todo lo expuesto, esta Comisaría General dispone lo siguiente:

NORMAS SOBRE REALIZACIÓN DE ANÁLISIS

A partir del día siguiente al de la publicación de la presente Circular en el «Boletín Oficial del Estado» todos los análisis de aceites comestibles que se recaben de los laboratorios por este Centro y sus Delegaciones Provinciales deberán ser realizados con arreglo a las normas que se señalan a continuación, siguiendo las técnicas indicadas.

De la misma forma en los análisis contradictorios deberán realizarse únicamente estos procedimientos analíticos y en el caso de que exista discrepancia, basada en la interpretación de dichas determinaciones, el análisis dirimente se encomendará a un Centro especializado de ámbito nacional, que someterá la muestra de aceite en primer lugar a las mismas pruebas efectuadas anteriormente, y en el caso de que considere que los resultados no cumplen las especificaciones de calidad y criterios de pureza exigidos podrá realizar aquellas técnicas adecuadas que estime más eficientes para emitir su dictamen.

ESPECIFICACIONES DE CALIDAD

1. Caracteres organolépticos.

Deberán observarse en todas las muestras de aceite que reciban los laboratorios, aunque sólo se hará constar en el boletín correspondiente cuando se aprecien características anormales o en el caso de que se solicite expresamente.

Los caracteres organolépticos correctos para toda clase de aceites serán los siguientes:

- Aspecto: Limpio y transparente, mantenidos a una temperatura de $20 \pm 2^\circ\text{C}$ durante un periodo de veinticuatro horas.
- Olor y sabor: Normales según el tipo de aceite y con sus aromas propios y característicos, sin que se adviertan en ningún caso, síntomas organolépticos de rancidez.
En el caso de los aceites de oliva los comercializados bajo las denominaciones de «extra», «fino» y «puro» tendrán unas características organolépticas absolutamente irreprochables; para los aceites «corrientes» habrá una mayor tolerancia, siendo, no obstante, aceptables.
- Color: Podrá variar del amarillo al verde. Para su medición se utilizará la especificación con arreglo a la escala de índices ABT (Norma UNE 55 021) para los aceites de oliva y de orujo. Para los demás aceites refinados de semillas se medirá el color en el sistema Lovibond.

Los límites de color para los diversos tipos de aceites serán:

Para los aceites vírgenes y puros de oliva no se fijan límites en la escala.

Para el aceite refinado de oliva no será más intenso que el correspondiente a la adición de 0,5 mililitros de indicador para cualquiera de las tonalidades admitidas en el sistema ABT.

Para el aceite de orujo no será más intenso de un mililitro de indicador para cualquiera de las tonalidades admitidas en el sistema ABT.

Para los demás aceites de semillas refinados el color se medirá en cubeta de 5 $\frac{1}{4}$ pulgadas Lovibond, admitiéndose los siguientes límites:

- Aceite de soja: No superior a 3,5 unidades rojas (Norma UNE 55 069).
- Aceite de cacahuete: No superior a 10 unidades amarillas y dos unidades rojas.
- Aceite de girasol: No superior a 25 unidades amarillas y dos unidades rojas.
- Aceite de algodón: No superior a siete unidades rojas (Norma UNE 55 043).
- Aceite de cártamo: No superior a siete unidades rojas y 10 unidades amarillas.
- Aceite de colza: No superior a 15 unidades amarillas y una unidad roja.
- Aceite de maíz: No superior a 70 unidades amarillas y cinco unidades rojas.
- Aceite de pepita de uva: No superior a 35 unidades amarillas, cuatro unidades rojas y cinco unidades azules.

2. Humedad y materias volátiles (anexo 1).

Esta determinación se realizará únicamente cuando se haga constar de forma expresa por el Organismo o Entidad que solicita el análisis, no siendo necesario hacerla cuando la razón de dicho análisis obedezca a la sospecha de un posible fraude por mezcla de otro tipo de aceite diferente al señalado en la etiqueta.

Los valores máximos tolerados para la humedad y materias volátiles, determinados en estufa a 105°C , serán los siguientes:

- Para los aceites de oliva vírgenes: 0,2 por 100.
- Para los aceites puros de oliva y demás tipos de aceites refinados: 0,1 por 100.

3. *Impurezas insolubles en el éter de petróleo.*

Esta determinación se realizará en los mismos casos de los indicados para la humedad y materias volátiles.

El contenido máximo autorizado de impurezas insolubles en el éter de petróleo, según Norma UNE 55 002, será el siguiente:

- Aceite virgen de oliva: 0,1 por 100.
- Aceite puro de oliva y demás tipos de aceites refinados: 0,05 por 100.

4. *Índice de peróxidos.*

Determinado según la Norma UNE 55 023, y expresado en miliequivalentes de oxígeno activo por kilo de grasa, no excederá de los límites siguientes:

- Aceites de oliva vírgenes de las categorías «extra» y «fino» y aceites «puros de oliva»: 20 máximo.
- Aceite de oliva virgen «corriente»: 25 máximo.
- Aceites refinados, ya sean de oliva, orujo o de semillas: 10 máximo.

5. *Prueba del frío.*

Todos aquellos aceites en los que se haga constar que han sido sometidos al tratamiento de invernación «winterizados» deberán cumplir la Norma UNE 55 042.

6. *Acidez libre.*

Se realizará esta determinación en todos los casos, expresándose en porcentaje de ácido oleico, según Norma UNE 55 011.

La acidez máxima autorizada para los diferentes tipos de aceite será la siguiente:

Aceite de oliva virgen:

- Calidad «extra»: 1 por 100 máximo.
- Calidad «fino»: 1,5 por 100 máximo.
- Calidad «corriente»: 3 por 100 máximo.

Aceite puro de oliva: 1,5 por 100 máximo.

La acidez para los aceites «extra», «fino» y «puro de oliva» tendrá una tolerancia de 0,1, y para los «corrientes» de 0,3, expresadas estas tolerancias en valores absolutos.

Aceites refinados de oliva y todos los restantes, a excepción del orujo refinado: 0,2 por 100 máximo.

Aceite de orujo refinado: 0,3 por 100 máximo.

7. *Transmisión en el ultravioleta (anexos 2 y 3).*

Se realizará esta determinación siempre que se trate de aceites de oliva y de orujo, muy especialmente para la diferenciación de vírgenes, puros y refinados de oliva.

Los valores límites admitidos serán:

Aceites vírgenes de oliva:

- Calidad «extra» y «fino»: $K_{270} \leq 0,20$.
- Calidad «corriente»: $K_{270} \leq 0,25$.

Los aceites con coeficientes de extinción superiores a 0,25 podrán ser considerados como «vírgenes» si sometidos al tratamiento de purificación con alúmina la materia grasa así purificada tuviese un coeficiente $K_{270} \leq 0,11$. Los aceites que satisfagan esta prueba, y siempre que cumplan las restantes especificaciones de calidad y pureza, podrán ser comercializados con la denominación de «corriente», pero en ningún caso como «extras» o «finos».

- Aceite puro de oliva: $K_{270} \leq 0,80$.
- Aceite refinado de oliva: $K_{270} \leq 0,85$.
- Aceite de orujo refinado: $K_{270} \leq 1,5$.

Los demás aceites refinados suelen tener coeficientes de extinción superiores a los indicados, sin que puedan establecerse límites.

CRITERIOS DE PUREZA

1. *Índice de saponificación.*

Se determinará según la Norma UNE 55 012, siendo los límites normales para cada aceite los siguientes:

- Aceites de oliva «virgen» y refinado y aceite de orujo refinado 184 - 196
- Aceite de soja refinado 189 - 195
- Aceite de algodón refinado 189 - 198
- Aceite de girasol refinado 188 - 194

- Aceite de cacahuete refinado 187 - 196
- Aceite de colza refinado 168 - 181
- Aceite de maíz refinado 187 - 195
- Aceite de cártamo refinado 186 - 198
- Aceite de pepita de uva refinado 185 - 195

2. *Prueba de tetrabromuros (Vizern-Guillot) (anexo 4).*

Se realizará en todos los casos, debiendo dar resultado negativo para los siguientes tipos de aceite:

- Aceite virgen de oliva.
- Aceite refinado de oliva.
- Aceite puro de oliva.
- Aceite refinado de orujo de aceituna.

3. *Prueba de Hauchecorne (modificada por Synodinos-Konstas) (anexo 5).*

Esta reacción cromática tiene un gran valor indicativo y debe realizarse en todos los casos, aun cuando los resultados obtenidos serán juzgados con prudencia y confirmados por los restantes criterios de pureza.

Las coloraciones normales para los diversos tipos de aceites deben ser:

- Aceite virgen de oliva: Coloración amarilla débil.
- Aceites refinados y puros de oliva: Coloración amarillo-tostado.
- Aceite refinado de orujo de aceituna: Coloración marrón.
- Otros aceites de semillas: Coloraciones diversas no específicas.

4. *Reacción de L. Pavolino.*

Se determinará según la Norma UNE 55 068.

Esta reacción es específica para el aceite de sésamo y debe dar negativa para los demás tipos de aceite.

Deberá efectuarse a juicio del analista si como consecuencia de las demás pruebas realizadas pudiera sospecharse la presencia de aceite de sésamo.

5. *Reacción de Halphen (anexo 6).*

Esta reacción es específica del aceite de algodón y debe dar negativa para los demás tipos de aceite.

Deberá efectuarse a juicio del analista si como consecuencia de las demás pruebas realizadas pudiera sospecharse la presencia de aceite de algodón.

6. *Reacción de Fitelson (anexo 7).*

Esta reacción es específica del aceite de té y debe dar negativa en los demás tipos de aceite, debiéndose tener en cuenta las observaciones recogidas en la Norma sobre el resultado positivo que dan algunos aceites genuinos de oliva.

Deberá efectuarse a juicio del analista si como consecuencia de las demás pruebas realizadas pudiera sospecharse la presencia de aceite de té.

7. *Índice de Bellier.*

Se utilizará el método propuesto en Norma UNE 55 009:

No debe ser superior a 11°C en los siguientes tipos de aceites:

- Aceite virgen de oliva.
- Aceite refinado de oliva.
- Aceite puro de oliva.
- Aceite refinado de orujo de aceituna.

El aceite de cacahuete debe tener un índice de Bellier no inferior a los 35°C.

Esta determinación debe realizarse en todos los casos.

8. *Prueba de Vizern (anexo 8).*

Deberá dar resultado negativo en todas las categorías y tipos de aceite de oliva, salvo en los tipos comerciales en los que exista aceite de orujo. En presencia de otros aceites su aplicación e interpretación de resultados será discrecional.

Esta prueba se realizará en todas las muestras de aceites de oliva.

9. *Índice de yodo.*

Como norma general este índice debe ser determinado en todos los aceites (Norma UNE 55 013 - Método Hanus), pudiéndose omitir sólo en aquellos casos en que se tiene seguridad de encontrarse ausentes los aceites semisecantes (resultado nega-

tivo de la prueba Vizern-Guillot) o bien que se trata de aceite de oliva y sólo hay que discriminar sobre su calidad.

Como orientación se incluyen a continuación los límites normales para cada aceite:

— Aceites de oliva «virgen» y refinado y aceite de orujo refinado	75 - 90
— Aceite de soja refinado	120 - 143
— Aceite de algodón refinado	99 - 119
— Aceite de girasol refinado	100 - 143
— Aceite de cacahuete refinado	80 - 105
— Aceite de colza refinado	94 - 120
— Aceite de maíz refinado	103 - 128
— Aceite de cártamo refinado	135 - 150
— Aceite de pepita de uva refinado	130 - 140

10. Índice de refracción.

Para simplificar el trabajo de inspección y como medida de orientación sobre el grado de insaturación de la grasa puede determinarse el índice de refracción según Norma UNE 55 015, aunque en caso de duda o de constituir un criterio básico para la calificación de la muestra nunca deberá omitirse la determinación del índice de yodo.

Como orientación se incluyen a continuación los límites normales para cada aceite, determinados a 25°C:

— Aceites de oliva «virgen» y refinado y aceite de orujo refinado	1.4657 - 1.4688
— Aceite de soja refinado	1.474 - 1.476
— Aceite de algodón refinado	1.463 - 1.472
— Aceite de girasol refinado	1.472 - 1.474
— Aceite de cacahuete refinado	1.467 - 1.470
— Aceite de colza refinado	1.470 - 1.474
— Aceite de maíz refinado	1.470 - 1.474
— Aceite de cártamo refinado	1.472 - 1.476
— Aceite de pepita de uva refinado	1.473 - 1.475

MODIFICACIONES

La presente Circular, que complementa a la número 6/1967, modifica algunas de las especificaciones analíticas y características físico-químicas de los aceites recogidas en la misma, las cuales, por consiguiente, han de entenderse rectificadas.

DISPOSICIÓN TRANSITORIA

Los valores límites espectrofotométricos establecidos en la norma séptima de las especificaciones de calidad no entrarán en vigor hasta la próxima campaña para dar tiempo a fabricantes y refinadores a adaptar sus procesos industriales a las nuevas especificaciones, que tienden a lograr una mejora en la calidad de sus productos.

Durante esta campaña se mantendrán los límites siguientes:

- Aceites «virgenes» de oliva de cualquier calidad: $K_{2,2} \leq 0,25$.
- Aceites «puros» y «refinados» de oliva: $K_{2,2} \leq 0,85$.
- Aceite refinado de orujo: $K_{2,2} \leq 1,8$.

Madrid, 26 de abril de 1968.—El Comisario general, Enrique Fontana Codina.

Para superior conocimiento: Excmos. Sres. Ministros Subsecretario de la Presidencia del Gobierno, de Comercio, de Agricultura y de la Gobernación.

Para conocimiento y cumplimiento: Excmos. Sres. Gobernadores civiles, Delegados provinciales de Abastecimientos y Transportes e Ilmo. Sr. Presidente del Sindicato Nacional del Olivo.

ANEXO 1

DETERMINACION DE HUMEDAD Y MATERIAS VOLATILES (MÉTODO DE LA ESTUFA)

A. Objeto.

Esta Norma tiene por objeto establecer las condiciones adecuadas para la determinación del agua y las materias volátiles en las condiciones del ensayo en materias grasas comerciales.

B. Alcance.

Aplicable a grasas animales y vegetales del comercio, excluyéndose los aceites secantes y los del grupo del coco. No es aplicable a materias grasas que hayan sido adicionadas de mono-glicéridos.

C. Aparatos.

1. Estufa de aire de dimensiones adecuadas al número de muestras que se vayan a manejar, pudiendo ser calentada a 150°C como mínimo y provista de regulación de temperatura con unos límites de oscilación de $\pm 2^\circ\text{C}$; la temperatura será además uniforme en todo el espacio interior, tolerándose diferencias que no superen 1°C entre posiciones extremas.

2. Cápsulas de fondo plano, con dimensiones aproximadas de 80 milímetros de \varnothing y 20 milímetros de altura, preferiblemente de acero inoxidable o aluminio o, en su defecto, de porcelana.

3. Desecador conteniendo como agente desecante sulfato cálcico anhidro, en cualquiera de los tipos comerciales preparados para esta finalidad («Drierite», «Sikkon», etc.); o gel de sílice de 6-20 mallas. Todos estos productos se suministran con indicador de humedad, lo cual resulta muy cómodo y seguro para su utilización en los desecadores.

El ácido sulfúrico monohidrato ($d = 1.84$), en defecto de los productos anteriores, puede ser utilizado, aunque para asegurar una desecación efectiva deberá ser renovado con frecuencia, resultando su uso más inseguro y molesto.

D. Preparación de la muestra.

1. La muestra debe ser previamente homogeneizada antes de pesar la cantidad con que se haya de operar. Esto se logra con las grasas fluidas agitando fuertemente el frasco que la contiene y vertiendo rápidamente la cantidad aproximada que se vaya a pesar en la cápsula en la que se efectúe la desecación. Si se tratase de grasas sólidas o semisólidas a la temperatura ambiente, calentar suavemente en baño de agua hasta conseguir el grado de fluidez conveniente, cuidando de no llegar a fundir completamente, y homogeneizar por agitación.

E. Procedimiento.

1. En una cápsula desecada previamente en estufa a 105°C y enfriada en un desecador se pesa con exactitud de 0,5 miligramos una cantidad aproximada de 5 a 10 gramos de muestra, según el contenido de humedad, preparada como se ha indicado en el párrafo anterior D. 1.

2. Se coloca en la estufa regulada a 103°C , donde se deja durante treinta minutos. Se pasa a un desecador, donde se deja enfriar, pesando. Repetir este tratamiento hasta que la diferencia entre dos pesadas consecutivas no exceda del 0,05 por 100.

F. Cálculos.

$$\% \text{ humedad y materia volátil} = \frac{(P_A - P_P)}{(P_A - P_0)} \times 100$$

P_0 = Peso de la cápsula vacía y seca.

P_A = Peso de la cápsula con la muestra de grasa.

P_P = Peso final de la cápsula con la grasa al dar por terminada la desecación.

ANEXO 2

MEDIDA ESPECTROFOTOMETRICA DE LA ABSORCION DE LOS ACEITES DE OLIVA EN LA REGION ULTRAVIOLETA DEL ESPECTRO

1. Aparatos.

1.1. Espectrofotómetro con equipo para el ultravioleta cuya escala de longitud de onda permita trabajar con una precisión de 1 μ en la región de 220 a 350 μ .

1.2. Cubetas prismáticas de cuarzo transparente en la región del espectro comprendida entre 220 y 350 μ , con un centímetro de paso. La cubeta vacía, comparada contra aire, deberá transmitir por lo menos un 80 por 100 de radiación a 220 μ .

Se deberá disponer por lo menos de un par de cubetas, las cuales estarán pareadas (matched), con una desviación no superior al 2 por 100 a 220 μ .

1.3. Matraces aforados, con tapón de vidrio, de 10 mililitros.

1.4. Matraz aforado, con tapón de vidrio, de 500 mililitros, y otros de 1.000 mililitros.

2. Productos.

2.1. Disolvente para las medidas espectrofotométricas.—Se utilizará el ciclo hexano para espectrofotometría en el ultravioleta, el cual presentará los siguientes valores mínimos de transmisión: a 220 μ , 40 por 100; a 250 μ , 95 por 100.

- 2.2. Cromato potásico de calidad «reactivo análisis».
2.3. Hidróxido potásico de calidad «reactivo análisis».

3. Comprobación del espectrofotómetro.

Se prepara la siguiente disolución: 0,2000 gramos de cromato potásico, se disuelven en un litro de disolución de hidróxido potásico 0,05 N. Se toman 25 mililitros de esta disolución, que se vierten en un matraz aforado de 500 mililitros, completando hasta el enrase con la disolución de hidróxido potásico 0,05 N. La densidad óptica de esta disolución, medida a 275 mμ, frente a un blanco constituido por la disolución 0,05 N de hidróxido potásico, en cubeta de un centímetro de espesor, deberá ser $0,200 \pm 0,005$.

4. Preparación de la disolución de materia grasa.

4.1. El aceite deberá estar completamente limpio y transparente. Si no fuese así deberá ser filtrado a la temperatura de la habitación a través de un papel de filtro adecuado.

4.2. En un matraz aforado de 10 mililitros se pesan de la muestra problema las siguientes cantidades aproximadas, con una precisión de 0,5 miligramos:

- Aceites «virgenes»: 90 miligramos.
- Aceites refinados de lampante o sus mezclas con «virgen»: 60 miligramos.
- Aceites de orujo brutos y refinados: 40 miligramos.

Se disuelve la cantidad pesada en ciclohexano y se completa hasta el enrase.

4.3. Se efectúa la medida de la extinción, cubeta de un centímetro empleando como comparación el ciclohexano a 232 mμ y a 270 mμ.

La lectura debe estar comprendida entre 0,2 y 0,8; en el caso de situarse fuera de estos límites deberá repetirse la medida, bien diluyendo en la relación conveniente o procediendo a una nueva pesada.

5. Cálculos.

Se utilizará la fórmula siguiente:

$$k\lambda = \frac{e\lambda}{p} \times 10^4$$

Siendo:

- $k\lambda$ = extinción específica a la longitud de onda λ .
- $e\lambda$ = extinción leída en el aparato.
- p = peso tomado en miligramos de la muestra.

ANEXO 3

METODO DE PURIFICACION DE ACEITE DE OLIVA POR CROMATOGRAFIA SOBRE ALUMINA PARA DETERMINACION DE LOS COEFICIENTES DE EXTINCION EN EL ULTRAVIOLETA

1. Aparatos.

1.1. Tubo para cromatografía, el cual consta de dos partes: la parte superior tiene un diámetro interior de 35 milímetros, y la parte inferior un diámetro interior de 10 milímetros. Cada una de estas partes tiene una longitud de 23 centímetros, lo que da al tubo cromatográfico una longitud total de 46 centímetros. La mitad inferior tiene en su extremidad una estrangulación o el dispositivo conveniente para retener el tapón de algodón o lana de vidrio que ha de servir de soporte al adsorbente.

1.2. Filtro de vidrio Jena 11 G 2 u otro equivalente.

2. Productos.

2.1. Alúmina activada para cromatografía, standardizada según Brockman, actividad I. Un tipo de alúmina que da muy buen resultado es el «Oxido de aluminio FLUKA para cromatografía», tipo 507 C neutro.

2.2. Eter petróleo ajustado a las especificaciones que se indican en la Norma UNE 55 016 o A. O. C. S., H 2-41.

3. Procedimiento operatorio.

3.1. Se toman 30 gramos de alúmina activada y se disponen en el tubo cromatográfico, en la mitad inferior de diámetro más estrecho, pudiéndose efectuar el llenado en seco o en húmedo, utilizando para ello el éter de petróleo.

3.2. Una vez dispuesta la columna se vierten 10 gramos de aceite, pesados con exactitud del centímetro, disueltos en 100

mililitros de éter de petróleo. La disolución oleosa que pasa por la columna se filtra por el filtro Jena, previamente desecado en estufa a 105°C. La disolución filtrada se recoge en un matracito y se destila el disolvente al vacío, operando a una temperatura no superior a 25°C. Para esta operación resulta muy ventajoso el empleo de un evaporador rotatorio.

3.3. El aceite obtenido, libre de disolvente, se utiliza inmediatamente para la determinación de los coeficientes de extinción en el ultravioleta, siguiendo las mismas normas que para los aceites normales.

ANEXO 4

RECONOCIMIENTO DE ACEITES SEMISECANTES EN EL ACEITE DE OLIVA

(PRUEBA DE VIZERN-GUILLOT)

1. Reactivos.

1.1. Eter de petróleo (P. E. 40°-70°C), exento de productos reaccionables con los halógenos. (Norma UNE 55016.)

1.2. Bromo.—Calidad «para análisis», exento de cloro, conforme a ensayo de la A. C. S. La presencia de cloro dificulta la reacción, pudiendo llegar a inhibirla completamente.

1.3. Reactivo de bromación.—Se prepara agregando gota a gota y agitando continuamente cuatro mililitros de bromo a 100 mililitros de éter de petróleo, enfriado a 0°C; el reactivo se conservará hasta el momento de su empleo en hielo fundente.

2. Procedimiento.

2.1. El aceite a ensayar deberá ser previamente filtrado, debiendo estar totalmente privado de humedad.

2.2. En un matracito de unos 50 mililitros o tubo de ensayo provisto de tapón esmerilado y desecado previamente se introduce un mililitro de aceite seco y filtrado, disolviéndolo en 10 mililitros de éter de petróleo. Se coloca el recipiente tapado en hielo fundente, y después de unos cinco minutos se agregan en pequeñas adiciones 10 mililitros del reactivo de bromación, mantenido a la temperatura de 0°C; el color de la disolución debe indicar claramente el exceso de bromo. Se deja el recipiente tapado en el hielo fundente, observándolo al cabo de una hora. La presencia de aceite semisecante se acusa por la formación de un precipitado más o menos intenso según la composición del aceite y su contenido en la mezcla. Con los aceites de oliva puros el ensayo queda limpio y transparente.

3. Sensibilidad.

Con aceites de soja el límite de reconocimiento suele ser del 5 por 100, aunque en determinados casos puede ser inferior a esta cifra.

Los aceites de maíz y algodón suelen reconocerse a partir de un 10 por 100.

ANEXO 5

PRUEBA DE HAUCHECORNE (MODIFICACIÓN SYNODINOS-KONSTAS)

1. Material.

1. Frasco de unos 50 mililitros de capacidad y tapón esmerilado.

2. Probeta graduada con tapón esmerilado de 25 mililitros de capacidad.

3. Embudo forma alemana de unos seis centímetros de diámetro.

4. Probeta graduada de 30 mililitros.

5. Papel de filtro corriente para trabajo de laboratorio (Albet número 502).

2. Reactivos.

1. Tierra decolorante para aceites de elevada actividad. Un tipo muy apropiado es la Tonsil AC, fabricada por la «Sud-Chemie A. G.», de Munich (Alemania).

2. Acido nítrico, calidad «para análisis», $d = 1,38$.

3. Procedimiento.

1. Con la probeta graduada se miden 30 mililitros del aceite de la muestra, que se vierten en el frasco de 50 mililitros. Seguidamente se pesan tres gramos de tierra decolorante y se agregan al frasco, agitándose fuertemente durante unos treinta segundos.

2. El producto tratado con tierra se filtra por filtro de pliegues, recogiendo 10 mililitros en la probeta de tapón. Si se

dispusiese de centrifuga, sería preferible centrifugar, realizándose así la operación en menos tiempo y con más eficacia.

3. Se agregan al aceite contenido en la probeta 10 mililitros de ácido nítrico, $d = 1,38$, y se agita durante unos treinta segundos, dejando reposar seguidamente, observándose el color desarrollado en la capa superior oleosa.

El aceite de oliva virgen produce un color amarillo claro. Los aceites de semilla desarrollan un color amarillo-naranja más o menos intenso según sea la naturaleza del aceite y su concentración; el aceite de soja da lugar a un color naranja intenso aun para concentraciones reducidas.

Los aceites de orujo y los esterificados desarrollan un color marrón más o menos intenso.

El tiempo de desarrollo de estas coloraciones es muy variable. Generalmente se puede observar a los dos o tres minutos de haberse separado la capa oleosa de la capa ácida; pero no se debe dar el dictamen definitivo hasta observar la coloración transcurridos unos quince minutos de reposo.

ANEXO 6

PRUEBA DE HALPHEN

1. Objeto.

Este método tiene por objeto la detección cualitativa del aceite de algodón en mezcla con otros aceites o grasas vegetales o animales.

2. Alcance.

El aceite de Kapok reacciona con una intensidad mayor que el aceite de algodón, por lo que si existe duda sobre su presencia deberán realizarse pruebas discriminatorias. Las grasas procedentes de animales que hayan comido harina de semilla de algodón o alguna materia conteniendo ácidos ciclopropenoides pueden dar resultado positivo en el ensayo. En ausencia de estos aceites y grasas la prueba puede considerarse específica para el aceite de algodón entre los restantes que circulan normalmente en el comercio de grasas.

3. Instrumental.

3.1. Tubos de ensayo con unas dimensiones aproximadas de 250×25 milímetros.

3.2. Baño de agua caliente con temperatura regulable.

3.3. Baño de aceite o bloque de calefacción adecuado para los tubos de ensayo que han de ser utilizados, regulables a una temperatura de 110° - 115° C. En lugar del aceite puede emplearse una disolución acuosa saturada de cloruro sódico.

4. Reactivo.

Preparar una disolución de azufre en bisulfuro de carbono al 1 por 100 y añadir un volumen igual de alcohol amílico.

5. Procedimiento.

5.1. En uno de los tubos de ensayo se toman 10 mililitros del aceite que se va a ensayar, agregándole un volumen igual del reactivo. Se agita y se calienta en un baño de agua a 70° - 80° C durante unos cuantos minutos, agitando de vez en cuando hasta que el bisulfuro de carbono comience a hervir y la muestra comience a producir humos.

5.2. Seguidamente se pasa el tubo a un baño regulado a 110° - 115° C, en el que se mantiene durante una-dos horas. La presencia del aceite de algodón se acusa por el desarrollo de un color rojo más o menos intenso; los aceites refinados suelen dar una coloración rosa. En el caso de débiles contenidos de aceite de algodón por bajo del límite de sensibilidad del ensayo el líquido toma un color amarillo.

6. Observaciones.

6.1. La estructura del ciclopropeno, responsable del desarrollo del color, se destruye por calefacción, y a 200° C la destrucción es prácticamente completa. Por lo tanto, los aceites refinados suelen dar a lo sumo una reacción débil, y frecuentemente dan resultado negativo. Del mismo modo la hidrogenación y los tratamientos con ácidos u otros agentes químicos reducen la intensidad y pueden anularla completamente.

6.2. Diferentes lotes de aceites de algodón pueden reaccionar con diferentes intensidades.

6.3. Por lo indicado en los apartados anteriores la intensidad del color desarrollado no puede tomarse como índice del contenido en aceite de algodón de una muestra en ensayo.

ANEXO 7

RECONOCIMIENTO DE ACEITE DE SEMILLA DE TÉ EN EL ACEITE DE OLIVA

(PRUEBA DE FITELSON)

1. Alcance.

Este método es aplicable solamente a la identificación de aceite de semilla de té en mezcla con el aceite de oliva.

2. Material.

2.1. Tubos de ensayo con dimensiones aproximadas de 150×15 milímetros de diámetro.

2.2. Pipeta con una capacidad mínima de 1,5 mililitros, graduada en décimas.

2.3. Pipeta cuentagotas, con un orificio de salida de diámetro aproximado de dos milímetros, calibrado de tal forma que siete gotas de aceite pesen, aproximadamente, 0,22 gramos.

3. Reactivos.

3.1. Cloroformo, calidad «reactivo análisis».

3.2. Ácido sulfúrico, calidad «reactivo análisis» ($d = 1,84$).

3.3. Anhídrido acético, calidad «reactivo análisis».

3.4. Eter etílico anhidro, calidad «reactivo análisis», destilado sobre sodio.

4. Procedimiento.

4.1. Colocar en un tubo de ensayo, medidos con pipeta, 0,8 mililitros de anhídrido acético, 1,5 mililitros de cloroformo y 0,2 mililitros de ácido sulfúrico. Mezclar y enfriar en un baño de agua con hielo a 5° C.

4.2. Utilizando la pipeta cuentagotas, añadir 0,22 gramos de la muestra a ensayar. Si aparece una turbidez, añadir anhídrido acético, gota a gota, agitando después de cada adición hasta que desaparezca. Mantener a 5° C durante cinco minutos.

4.3. Añadir 10 mililitros de éter etílico previamente enfriado a 5° C, tapar el tubo de ensayo con un corcho y mezclar inmediatamente invirtiendo el tubo dos veces. Colocar nuevamente el tubo en el baño de agua-hielo y observar el color. El aceite de semilla de té puro da un intenso color rojo en el intervalo de un minuto a partir de la adición del éter; alcanza un máximo y seguidamente desaparece. (Ver notas 1 y 2.)

5. Notas.

5.1. Muchas muestras genuinas de aceite de oliva dan coloraciones rosa de una intensidad comparable a un contenido de aceite de semilla de té del 10 por 100 o incluso más. Por consiguiente, coloraciones rosadas débiles en muestras presentadas como aceite de oliva puro no pueden ser atribuidas a la presencia de aceite de semilla de té.

5.2. Algunas muestras de aceite de oliva, especialmente de calidad refinable o tipos industriales muestran una coloración oscura que tiende a enmascarar el color rojo característico de la reacción. Con el fin de evitar este inconveniente se recomienda proceder como sigue:

Saponificar una mezcla de cinco gramos de la muestra y cinco gramos de parafina líquida blanca, utilizando un exceso de hidróxido potásico en disolución alcohólica (aproximadamente, cinco mililitros de hidróxido potásico al 50 por 100 diluido con 30 mililitros de alcohol etílico). Una ebullición mantenida durante diez-quince minutos es generalmente suficiente. Pasar la disolución del producto saponificado a una ampolla de decantación y añadir un volumen igual de agua destilada, mezclar y dejar que decante, separándose en dos capas. Separar la capa inferior, constituida por la disolución jabonosa. Lavar la capa oleosa varias veces con agua destilada con el fin de eliminar los restos de jabón. Secar el producto una vez lavado, añadiendo sulfato sólido anhidro y dejando en reposo durante unos minutos. Filtrar y operar como se indica en el apartado cuatro.

5.3. Es aconsejable trabajar simultáneamente y en forma idéntica con muestras especialmente preparadas que sirvan como patrones de comparación.

ANEXO 8

PRUEBA DE VIZERN PARA EL RECONOCIMIENTO DEL ACEITE DE ORUJO

1. Objeto.

Este método tiene por objeto la identificación del aceite extraído por disolventes de los orujos grasos de aceituna.

2. *Material necesario.*

2.1. Además del material necesario para la determinación de la materia insaponificable y que se indica en la norma prescrita por la Sección de Materias Grasas de la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada, se requerirá el siguiente:

2.2. Un matraz Erlenmeyer de 100 mililitros, con cuello esmerillado, provisto de un refrigerante de reflujo constituido por un tubo de 80 a 100 centímetros de longitud aproximadamente.

2.3. Tubo de ensayo de paredes gruesas, con dimensiones aproximadas de 160 milímetros de altura y 30 milímetros de diámetro interior.

2.4. Probeta de 10 mililitros.

3. *Reactivos.*

3.1. Los mismos necesarios para la determinación de la materia insaponificable por el método del éter de petróleo, y además:

3.2. Alcohol etílico de 85 por 100 en volumen.—Diluir 885 mililitros de alcohol etílico de 96° hasta 1.000 mililitros con agua destilada. La densidad a 15°/4° deberá ser 0,8520. Comprobar con alcoholómetro o, si no se dispone de este instrumento, con un densímetro, y ajustar, si fuese necesario.

4. *Procedimiento.*

4.1. Se toman cinco gramos de aceite y se extrae el insaponificable según el método recomendado por la Sección de Materias Grasas de la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada, empleando el éter de petróleo como disolvente de extracción.

4.2. La totalidad del insaponificable aislado se disuelve en caliente con refrigerante de reflujo, empleando para ello el matraz de 100 mililitros, en 10 mililitros de alcohol etílico de 85°.

4.3. La disolución alcohólica se trasvasa a un tubo de ensayo de las características indicadas en 2.3, y se enjuaga el matraz con otros 10 mililitros de alcohol de 85°, que se vierten también en el tubo. Se homogeneiza la mezcla y se enfría a unos 25°C, dejando en reposo a una temperatura de 20-25°C. Observar al cabo de una hora.

La formación de un precipitado floconoso, que se deposita en el fondo del tubo bajo forma de copos, acusa la presencia de aceite de orujo. Un precipitado más dividido no resuelto en copos en el tiempo indicado no puede interpretarse con carácter positivo, siendo muchos los aceites de oliva de presión que originan estos precipitados.

II. Autoridades y personal

NOMBRAMIENTOS, SITUACIONES E INCIDENCIAS

MINISTERIO DE ASUNTOS EXTERIORES

DECRETO 919/1968, de 25 de abril, por el que se asciende a Ministro Plenipotenciario de tercera clase a don Raimundo Pérez-Hernández y Moreno.

A propuesta del Ministro de Asuntos Exteriores, en atención a las circunstancias que concurren en don Raimundo Pérez-Hernández y Moreno, y de conformidad con lo establecido en el artículo veintinueve del Reglamento Orgánico de la Carrera Diplomática, aprobado por Decreto de quince de julio de mil novecientos cincuenta y cinco, y en el artículo trece del Decreto de veintuno de mayo de mil novecientos sesenta y uno,

Vengo en ascenderle a Ministro Plenipotenciario de tercera clase, categoría que venía desempeñando en comisión, en la vacante producida por fallecimiento de don Alfonso Muñoz-Seca y de Ariza.

Así lo dispongo por el presente Decreto, dado en Madrid a veinticinco de abril de mil novecientos sesenta y ocho.

FRANCISCO FRANCO

El Ministro de Asuntos Exteriores,
FERNANDO MARIA CASTIELLA Y MAÍZ

DECRETO 920/1968, de 25 de abril, por el que se nombra Presidente del Consejo Superior de Asuntos Exteriores a don Faustino Armijo y Gallardo, Embajador de España.

El Decreto noventa y ocho/mil novecientos sesenta y ocho, de veinticinco de enero, sobre reorganización del Ministerio de Asuntos Exteriores, establece en su artículo catorce que los puestos de Presidente y Vicepresidente del Consejo Superior de Asuntos Exteriores queden desvinculados de los cargos a que estaban atribuidos y sean provistos por funcionarios que tengan la categoría de Embajador o Ministro Plenipotenciario de primera clase.

En su virtud, a propuesta del Ministro de Asuntos Exteriores y previa deliberación del Consejo de Ministros en su reunión del día cinco de abril de mil novecientos sesenta y ocho,

Vengo en nombrar Presidente del Consejo Superior de Asuntos Exteriores a don Faustino Armijo y Gallardo, Embajador de España.

Así lo dispongo por el presente Decreto, dado en Madrid a veinticinco de abril de mil novecientos sesenta y ocho.

FRANCISCO FRANCO

El Ministro de Asuntos Exteriores,
FERNANDO MARIA CASTIELLA Y MAÍZ

MINISTERIO DE JUSTICIA

RESOLUCION de la Dirección General de Justicia por la que, en virtud de concurso de traslado, se destina a los Auxiliares de la Justicia Municipal que se citan a los Juzgados que se indican.

Visto el expediente instruido como consecuencia del concurso anunciado en el «Boletín Oficial del Estado» correspondiente al día 11 del mes actual para la provisión de las vacantes de Auxiliares de la Justicia Municipal a que el mismo se refiere.

Esta Dirección General, de conformidad con lo dispuesto en la Ley 11/1966, de 18 de marzo, y en el artículo 60 en relación con el 14 del Decreto orgánico del Personal Auxiliar y Subalterno de la Justicia Municipal de 27 de abril de 1956, ha tenido a bien nombrar a los solicitantes que se relacionan para ocupar las plazas que a continuación de los mismos se indican:

Doña Serafina Miniet y de Bolívar.—Destino actual: Barcelona, número 14. Plaza para la que se le nombra: Madrid número 3.

Don José Aguado Corrales.—Destino actual: Madrid número 5. Plaza para la que se le nombra: Madrid número 14.

Don Ildefonso Gutiérrez Barros.—Destino actual: Granada número 1. Plaza para la que se le nombra: Granada número 5.

Don Eduardo Valverde Muñoz.—Destino actual: Granada número 2. Plaza para la que se le nombra: Granada número 5.

Don Mario López López.—Destino actual: Pinos Puente. Plaza para la que se le nombra: Granada número 5.

Doña Consuelo Rebolledo Macías.—Destino actual: Orense número 1. Plaza para la que se le nombra: Orense número 2.

Doña Lucía Simona García Fernández.—Destino actual: San-turce Antiguo. Plaza para la que se le nombra: Pamplona número 1.

Doña Rosario Castañón Gil.—Destino actual: Villarreal de los Infantes. Plaza para la que se le nombra: Castellón número 2.

Don Eulogio Sánchez Mayoral.—Destino actual: Villarreal de los Infantes. Plaza para la que se le nombra: Castellón número 2.

Doña Isabel Saiz Lacal.—Destino actual: Excedente voluntaria. Plaza para la que se le nombra: Albacete.

Doña Alicia Rodríguez Rodríguez.—Destino actual: Madrid número 12. Plaza para la que se le nombra: Madrid número 8.

Doña María Jesús Blasco Belmonte.—Destino actual: Zaragoza, número 2. Plaza para la que se le nombra: Zaragoza número 3.

Doña Generosa Pilar Conde Pena.—Destino actual: Excedente voluntaria. Plaza para la que se le nombra: Orense número 2.

Doña Mercedes Gorriz López.—Destino actual: Madrid número 25. Plaza para la que se le nombra: Madrid número 21.

Doña Teresa Vázquez Fernández.—Destino actual: Madrid número 30. Plaza para la que se le nombra: Zamora.

Don Adolfo Hidalgo López.—Destino actual: Madrid número 3. Plaza para la que se le nombra: Madrid número 16.