

evitando sobrecalentar y agitando continuamente, hasta que el líquido no forme más espuma y se vuelva límpido. Dejar enfriar el matraz hasta 90° C. Añadir 90 ml. de agua destilada, recientemente hervida, a la misma temperatura aproximadamente, y mezclar. El líquido debe quedar límpido. Añadir de 0,6 a 0,7 gramos de piedra pómez y, después, 50 ml. de solución de ácido sulfúrico 1 N. Conectar inmediatamente el matraz al aparato de destilación y calentarlo ligeramente hasta que los ácidos grasos libres formen una capa superficial límpida. Empezar a calentar y regular la llama de modo que se recojan en el matraz aforado 110 ml. de destilado en diecinueve-veintiún minutos, tomando como principio del período de destilación el momento en que se forma la primera gota en el refrigerante. Regular el flujo de agua del refrigerante de modo que se mantenga la temperatura del agua que sale del refrigerante a $20 \pm 1^\circ \text{D}$.

Cuando se hayan recogido exactamente 110 ml. de destilado, quitar el mechero inmediatamente y sustituir el matraz aforado por un pequeño vaso. Mezclar el contenido del matraz aforado agitando suavemente y sumergir el matraz en un baño de agua a $20 \pm 1^\circ \text{C}$ durante diez-quince minutos, estando la señal de 110 ml. del matraz aforado a centímetro por debajo del nivel del agua del baño. Agitar el matraz de cuando en cuando. Tapar el matraz y mezclar invirtiéndolo cuatro o cinco veces, sin agitar. Filtrar los 110 ml. de destilado por un papel filtro seco de velocidad media (diámetro 80-90 milímetros), que se ajusta cómodamente en un embudo. El filtrado debe ser límpido. (El filtro debe ser de tales dimensiones, que un volumen de 15 ml. lo llene completamente). Pipetar 100 ml. de filtrado y pasarlos a un matraz Erlenmeyer de 300 ml., añadir 0,5 ml. de la solución indicadora de fenolftaleína y valorar con la solución acuosa de álcali standard 0,1 N hasta un color rosa persistente durante cero-cinco-un minutos.

2.7.4.3. Ensayo en blanco.

Hacer un ensayo en blanco sin grasa y, en lugar de saponificar a fuego directo, calentar en baño de agua hirviendo durante quince minutos.

No se requerirán para la valoración más de 0,5 ml. de la solución de álcali normalizada. En otro caso, se deben preparar nuevas soluciones del reactivo.

2.7.4.4. Determinación del índice de ácidos grasos volátiles insolubles. (Polenske.)

Lavar el filtro con tres porciones sucesivas de 15 ml. de agua destilada, a la temperatura de $20 \pm 1^\circ \text{C}$, habiendo pasado previamente cada una a través del refrigerante del vaso pequeño y del matraz aforado. Poner el embudo y el filtro en el cuello de un matraz cónico, limpio y seco, de 200 ml. de capacidad. Disolver los ácidos grasos insolubles repitiendo los lavados, usando ahora porciones de 15 ml. de etanol (95-96 por 100 v/v). Valorar con la solución acuosa del álcali normalizada (0,1 N) el conjunto de los lavados con etanol usando 0,5 ml. de solución indicadora de fenolftaleína, hasta un color rosa persistente durante 0,5-1 minutos.

2.7.5. Cálculo.

2.7.5.1. Índice de ácidos grasos volátiles solubles (índice de Reichert).

$$\text{Índice de Reichert} = 11 t (v_1 - b)$$

Siendo:

v_1 = Volumen en mililitros de la solución normalizada (0,1 N) de álcali, utilizados en la valoración de la muestra.

b = Volumen en mililitros de la solución normalizada (0,1 N) de álcali, utilizados en el ensayo en blanco.

t = Normalidad exacta de la solución normalizada (0,1 N) de álcali.

Redondear el resultado a la primera cifra decimal.

2.7.5.2. Índice de ácidos grasos volátiles insolubles (índice de Polenske).

$$\text{Índice de Polenske} = 10 t v_2$$

v_2 = Volumen en mililitros de la solución normalizada (0,1 N) de álcali utilizada en la valoración de la muestra.

t = Normalidad exacta de la solución normalizada (0,1 N) de álcali.

Redondear el resultado a la primera cifra decimal.

2.7.5.3. Reproducibilidad de resultados.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones duplicadas (resultados obtenidos simultáneamente o inmedia-

tamente uno detrás de otro por el mismo analista) no debe exceder de 0,5 para el índice de Reichert o de 0,3 para el índice de Polenske.

2.7.6. Referencias.

Norma internacional FIL-IDF 37: 1966.

2.8. Índice de Kirschner.

2.8.1. Método operatorio.

1. Neutralizar 100 ml. del destilado Reichert-Meissl con solución de $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 0,1 N, con toda precisión, hasta lograr un débil color rosado, empleando 0,5 ml. del indicador. Realizar la titulación en un matraz cerrado para evitar la absorción de CO_2 .

2. Añadir 0,3 gramos de Ag_2SO_4 , en forma de polvo fino. Dejar reposar la mezcla una hora, agitando con frecuencia y filtrándola después.

3. Recoger 100 ml. del filtrado, colocarlo en un frasco de destilación de 300 ml., añadir 35 ml. de agua destilada y 10 ml. de H_2SO_4 diluido. Añadir un trozo de alambre de aluminio o varios trozos de piedra pómez para evitar que el líquido se rebese. Unase al destilador y comiencese la destilación a la velocidad de 110 ml. en unos veinte minutos.

4. Después de recoger 110 ml. del destilado, filtrar esta cantidad total y titular 100 ml. con NaOH , 1 N, empleando 0,5 ml. del indicador hasta lograr un tono rosado que persista durante dos o tres minutos.

5. Preparar y realizar una prueba en blanco semejante a la anterior en todos sus aspectos.

2.8.2. Cálculo.

$$\text{Valor de Kirschner} = \frac{A 121 (100 + B)}{10.000}$$

A = Titulación de la muestra — titulación en blanco.

B = ml. de $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 0,1 N, requeridos para neutralizar los 100 ml. originales del destilado de Reichert-Meissl.

2.8.3. Referencias.

Norma internacional AOCS 5-40.

MINISTERIO DE HACIENDA

4602

CORRECCION de errores de la Orden de 21 de febrero de 1975 por la que se amplía la de 22 de junio de 1974, por la que se desarrolla el Decreto 680/1974, de 28 de febrero, por el que se dispone el pago de haberes y retribuciones al personal de la Administración del Estado y de los Organismos autónomos a través de establecimientos bancarios o cajas de ahorros.

Advertido error en el texto remitido para su publicación de la citada Orden, inserta en el «Boletín Oficial del Estado» número 48, de fecha 25 de febrero de 1975, se transcribe a continuación la oportuna rectificación:

En la página 3929, donde dice: «Sección 16, servicio 06, concepto 111»; debe decir: «Sección 16, servicio 06, conceptos 111 y 112».

MINISTERIO DE LA GOBERNACION

4603

ORDEN de 22 de febrero de 1975 sobre expedición de licencias de caza por los Directores generales de la Guardia Civil y de Seguridad.

Excelentísimos señores:

El artículo 34, número 5, de la vigente Ley de Caza faculta, entre otras autoridades, a los Directores generales de la Guardia Civil y de Seguridad para expedir licencias de caza a favor de los miembros de los Cuerpos de la Guardia Civil, General de Policía y Policía Armada.