

ANEXO**MÉTODOS ESPECIALES DE ANÁLISIS DE LA UNIÓN****ISOTIOCIANATO DE ALILO****1. Fundamento del método**

Todo isotiocianato de alilo presente en el vino se recoge mediante destilación y se identifica empleando una técnica de cromatografía en fase gaseosa.

**2. Reactivos**

2.1. Etanol absoluto.

2.2. Solución patrón: solución en alcohol absoluto de isotiocianato de alilo con 15 mg/l de principio activo.

2.3. Mezcla refrigerante constituida por etanol y nieve carbónica (temperatura a 60 °C).

**3. Instrumental**

3.1. Aparato de destilación según se muestra en la figura. Se pasa continuamente una corriente de nitrógeno a través del aparato.

3.2. Manta eléctrica termorregulable.

3.3. Caudalímetro.

3.4. Cromatógrafo de gases con detector fotométrico de llama, provisto de un filtro selectivo para los compuestos azufrados ( $\lambda = 394$  nm), o cualquier otro detector apropiado para esta medida.

3.5. Columna de cromatografía de acero inoxidable, diámetro interno de 3 mm, longitud de 3 m; rellena de Carbowax 20M al 10 % sobre chromosorb WHP, 80 a 100 mallas.

3.6. Microjeringa de 10  $\mu$ l.

**4. Procedimiento**

Verter 2 l de vino en el matraz de destilación, añadir algunos mililitros de etanol (punto 2.1) en los dos tubos de recuperación hasta que se produzca la total inmersión de la parte porosa para la dispersión gaseosa. Enfriar, por la parte exterior, los dos tubos con la mezcla refrigerante. Comunicar el matraz con los dos tubos receptores e introducir en él una corriente de nitrógeno de 3 l/h, aproximadamente. Calentar el vino a 80 °C regulando convenientemente la temperatura de la manta eléctrica y recuperar en total de 45 a 50 ml de destilado.

Estabilizar el cromatógrafo. Se aconseja respetar las condiciones siguientes:

- temperatura del inyector: 200 °C,
- temperatura de la columna: 130 °C,
- gas portador de helio con un flujo de: 20 ml/min.

Inyectar con la ayuda de la microjeringa una cantidad de solución patrón tal que el pico correspondiente al isotiocianato de alilo pueda identificarse fácilmente sobre el cromatograma.

Del mismo modo, introducir en el cromatógrafo una parte alícuota del destilado y comprobar que el tiempo de retención del pico obtenido corresponde al del pico de isotiocianato de alilo.

En las condiciones indicadas para el ensayo, ningún compuesto natural del vino producirá interferencias correspondientes al tiempo de retención de la sustancia investigada.

### Aparato de destilación bajo corriente de nitrógeno

