RESOLUCIÓN OIV-OENO 591B-2018

DIÓXIDO DE AZUFRE TOTAL: ACTUALIZACIÓN DEL MÉTODO OIV-MA-AS323-04A

ATENCIÓN: esta resolución modifica el siguiente método:
- OIV-MA-AS323-04A

LA ASAMBLEA GENERAL,

VISTO el artículo 2, párrafo 2 iv del Acuerdo por el que se crea la Organización Internacional de la Viña y el Vino,

A PROPUESTA de la Subcomisión "Métodos de Análisis",

CONSIDERANDO los trabajos realizados por la Subcomisión "Métodos de Análisis" en relación con la revisión de los métodos de análisis y, en particular, los resultados del cuestionario elaborado por dicha Subcomisión en 2009 con el objeto de recopilar datos sobre la aplicación de los métodos de la OIV en los laboratorios que llevan a cabo análisis de vinos y mostos,

DECIDE modificar y reemplazar el método OIV-MA-AS323-04A del Compendio de Métodos Internacionales de Análisis de Vinos y Mostos y dividirlo en dos métodos distintos: "Determinación del dióxido de azufre libre" y "Determinación del dióxido de azufre total". El método de determinación del dióxido de azufre total queda modificado como sigue:

DIÓXIDO DE AZUFRE TOTAL: ACTUALIZACIÓN DEL MÉTODO OIV-MA-AS323-04A

Método de Tipo II

1. Ámbito de aplicación

Este método permite determinar el dióxido de azufre total en el vino y en el mosto.

2. Definición

Se denomina dióxido de azufre total al conjunto de las distintas formas de dióxido de

Certificado conforme Punta del Este, 23 de noviembre de 2018
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

azufre presentes en el vino en estado libre o combinado con sus componentes.

3. Fundamento

Arrastre del dióxido de azufre con una corriente de aire o de nitrógeno; fijación y oxidación por borboteo en una solución diluida y neutra de peróxido de hidrógeno. Valoración del ácido sulfúrico formado con una solución de hidróxido de sodio de concentración conocida.

El dióxido de azufre total se extrae del vino por arrastre en caliente (aprox. 100□°C).

4. Reactivos y sustancias

4.1. Ácido fosfórico puro al 85□% (ρ_{20}= 1,71 g/mL) (CAS 7664-38-2)

4.2. Reactivo indicador:

Rojo de metilo (CAS 493-52-7)	100 mg (±1 mg)
Azul de metileno (CAS 7220-79-3)	50 mg (±0.5 mg)
Etanol (≥ 95%) (CAS 64-17-5)	50 mL

Enrasar a 100 mL con agua para uso en análisis de laboratorio. Para preparar un volumen distinto de 100 mL, respetar las proporciones.

Los indicadores reactivos comerciales con la misma composición pueden ser utilizados

4.3. Hidróxido de sodio 1 M (3,84□%) o anhidro (perlas) (CAS 1310-73-2)

4.4. Solución de hidróxido de sodio 0,01 M

Ejemplo: Diluir 10,0 mL de hidróxido de sodio 1 M (4.3) en 1 L de agua para uso en análisis de laboratorio.

En caso necesario, comprobar periódicamente la concentración de la solución (factor de corrección). Evitar la exposición al CO2 atmosférico.

4.5 Solución de peróxido de hidrógeno de 3 volúmenes (= 9,1 g/L = (□H_2O_2nol/L de), preparada o comercial, (p. ej., H_2O_2 al 30 %, CAS de la mezcla: 7722-84-1)

Certificado conforme Punta del Este, 23 de noviembre de 2018
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

Nota: Una concentración del 30□% en masa equivale a 110 volúmenes ($\rho_{20} \cong$ 1,11 g/mL), en referencia al volumen de oxígeno que idealmente se desprende por litro de H_2O_2en condiciones normales de temperatura y presión, mientras que una concentración del 3□% en masa ($\rho_{20} \cong$ 1 g/mL) equivale a 10 volúmenes (0,89 mol/L). Por lo tanto, la preparación dependerá de la solución comercial que se utilice; en cualquier caso, en el método se utilizará en exceso.

5. Equipo

El sistema utilizado debe ajustarse al esquema que figura a continuación, principalmente en lo que se refiere al refrigerante.

El tubo de conducción de los gases al borboteador B termina en una pequeña esfera de 1 cm de diámetro que lleva, en su mayor círculo horizontal, 20 agujeros de 0,2 mm de diámetro. También puede terminar en una placa de vidrio fritado que permita la formación de un gran número de pequeñas burbujas, lo que garantiza un buen contacto entre las fases gaseosa y líquida.

El caudal de gas que debe recorrer el sistema ha de ser de 40 L/h aproximadamente. El frasco situado a la derecha del sistema se destina a limitar de 20 a 30 cm de agua la depresión producida por la trompa de agua. Para poder regular dicha depresión de forma que el caudal sea el correcto, conviene colocar un medidor de caudal de tubo semicapilar entre el borboteador y el frasco.

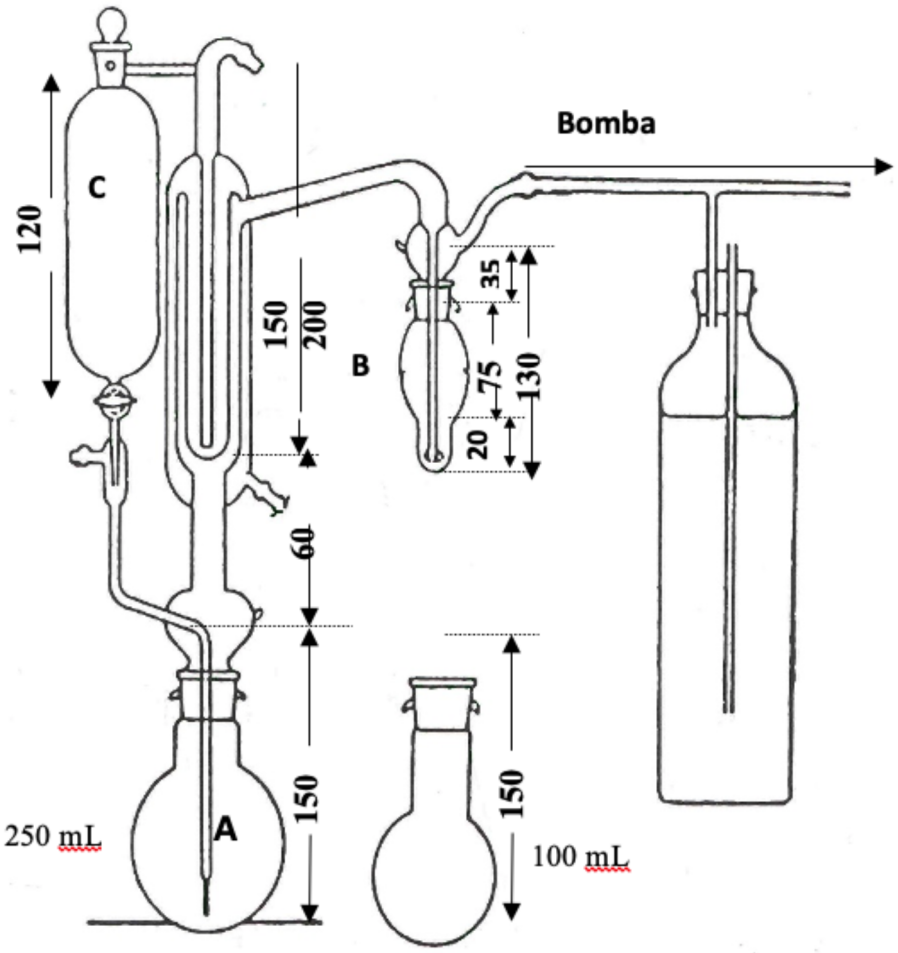
Para determinar el dióxido de azufre total, se recomienda el uso de un mechero (con llama de 4-5 cm o de infrarrojos) que permita alcanzar el punto de ebullición rápidamente. En lugar de una rejilla metálica, colocar debajo del matraz A un deflector con una abertura de entre 2 y 4 cm; de este modo, se evita la pirogenación de las sustancias extraídas del vino en las paredes del matraz.

Utilizar un matraz A de 250 mL si la muestra es de 50mL y un matraz de 100-150 mL si la muestra es de 20 mL.

Figura 1. Las dimensiones se dan en milímetros. Los 4 tubos concéntricos que componen el refrigante tienen un diámetro interno de 45, 34, 27 y 10 mm, respectivamente.

Certificado conforme Punta del Este, 23 de noviembre de 2018
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018



6. Procedimiento

Antes de cada nueva determinación, se recomienda limpiar el sistema con aire o nitrógeno durante, por ejemplo, 5 minutos. Con un blanco, el color del indicador del agua oxigenada neutra no debería cambiar en el extremo de salida del tubo conductor de gases.

- Conectar el refrigerante a la toma de agua.
- En el borboteador B del sistema de arrastre, introducir 2-3 mL de la solución de peróxido de hidrógeno (4.5), 2 gotas del reactivo indicador (4.2) y neutralizar con la solución de hidróxido de sodio 0,01 M (4.4); el color verde indica pH neutro.

Certificado conforme Punta del Este, 23 de noviembre de 2018
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

Nota: En el caso de series de muchas muestras, también se puede preparar una solución de H_2O_2 neutralizada antes de introducirla en el matraz. Adaptar las concentraciones y los volúmenes como corresponda, para que la solución conserve su poder oxidativo (período de conservación corto).

- Ajustar el borboteador al sistema.
- En el matraz A, introducir: 50 mL de la muestra si se sospecha que su concentración es < 50 mg/L de SO_2 total, 20 mL de la muestra si se sospecha que su concentración es ≤ 50 mg/L de SO_2 total, y fijarlo al sistema.
- En el dosificador C, introducir: 15 mL de ácido fosfórico (4.1) si se sospecha que la concentración de la muestra es < 50 mg/L de SO_2total, 5 mL de ácido fosfórico (4.1) si se sospecha que la concentración de la muestra es $\geq$ 50 mg/L de SO_2 total,
- Abrir el grifo para añadir el ácido a la muestra, encender la fuente de calor y, al mismo tiempo, poner en marcha la corriente de gas y el temporizador (15 minutos). Mantener en ebullición durante el paso de la corriente de gas. El dióxido de azufre total arrastrado se oxida a ácido sulfúrico.
- Pasados 15 minutos, apagar la fuente de calor, quitar el borboteador B y limpiar con agua el tubo conductor de gases (por la parte esmerilada).
- Valorar el ácido formado con la solución de hidróxido de sodio 0,01 M (4.4) hasta el viraje delindicador a verde.

Sea n los mililitros de solución consumidos en la valoración.

7. Cálculo y expresión de los resultados

El dióxido de azufre total se expresa en miligramos por litro (mg/L) y sin decimales.
Cálculos

- Muestras com bajo contenido en dióxido de azufre (50 mL de muestra): 6,4n
- Otras muestras (20 mL de muestra): 16n

© OIV 2018

Certificado conforme Punta del Este, 23 de noviembre de 2018
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Jean-Marie AURAND

8. Precisión

8.1. Repetibilidad (r)

Concentración < 50 mg/L (50 mL de muestra), r = 1 mg/L
Concentración ≥ 50 mg/L (20 mL de muestra), r = 6 mg/L

8.2. Reproducibilidad (R)

Concentración < 50 mg/L (50 mL de muestra), R = 9 mg/L
Concentración ≥ 50 mg/L (20 mL de muestra), R = 15 mg/L

9. Bibliografía

1. Paul, F.: Mitt. Klosterneuburg Rebe u. Wein, 1958, ser. A, 821.

Certificado conforme Punta del Este, 23 de noviembre de 2018
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018