RISOLUZIONE OIV-OENO 662C-2022

DETERMINAZIONE DELL'ACIDITÀ VOLATILE NEL SUCCO D'UVA, NEL SUCCO D'UVA RICOSTITUITO, NEL SUCCO D'UVA CONCENTRATO E NEL NETTARE D'UVA

Metodo di Tipo IV

L'ASSEMBLEA GENERALE,

VISTO l'articolo 2, paragrafo iv, dell'Accordo del 3 aprile 2001 che istituisce l'Organizzazione internazionale della vigna e del vino,

SU PROPOSTA della Sottocommissione "Metodi di analisi",

CONSIDERATO che per il succo d'uva, il succo d'uva ricostituito, il succo d'uva concentrato e il nettare d'uva si propone l'applicazione del metodo OIV-MA-AS313-02 (Acidità volatile) della *Raccolta dei metodi internazionali di analisi dei vini e dei mosti*,

CONSIDERATO che per il succo d'uva concentrato deve essere eseguita una semplice diluizione prima dell'analisi,

DECIDE di aggiungere il metodo seguente:

DETERMINAZIONE DELL'ACIDITÀ VOLATILE NEL SUCCO D'UVA, NEL SUCCO D'UVA RICOSTITUITO, NEL SUCCO D'UVA CONCENTRATO E NEL NETTARE D'UVA

Metodo di Tipo IV

1. Campo di applicazione

Il presente metodo può essere utilizzato per la determinazione dell'acidità volatile nel succo d'uva, nel succo d'uva ricostituito, nel succo d'uva concentrato e nel nettare d'uva mediante titolazione, nell'intervallo di concentrazioni da 0,11 g/L a 1,09 g/L di acido acetico indicato.

2. Definizione

Si definisce acidità volatile la quantità di acidi della serie acetica presenti nel succo d'uva, nel succo d'uva ricostituito, nel succo d'uva concentrato e nel nettare d'uva, sia allo stato libero che combinato sotto forma di sali.

Esemplare certificato conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2022

3. Principio

Gli acidi volatili vengono separati dal succo d'uva, dal succo d'uva ricostituito, dal succo d'uva concentrato* e dal nettare d'uva mediante distillazione in corrente di vapore e titolati con una soluzione di idrossido di sodio di concentrazione nota. L'acidità dell'anidride solforosa libera e dell'anidride solforosa combinata, distillate in queste condizioni, deve essere sottratta dall'acidità del distillato. Deve inoltre essere sottratta l'acidità dell'acido sorbico eventualmente aggiunto al succo d'uva, al succo d'uva ricostituito, al succo d'uva concentrato e al nettare d'uva.

Nota: Nel distillato è presente anche una parte dell'acido salicilico utilizzato per stabilizzare i succhi d'uva prima dell'analisi. Questo deve essere determinato e sottratto dall'acidità, come indicato al punto 7.3.

4. Reagenti e materiali

4.1. Reagenti

4.1.1. Acido tartarico al 99,5% ($C_4H_6O_6$) [N. CAS 87-69-4]

4.1.2. Soluzione di idrossido di sodio (NaOH) [N. CAS 1310-73-2] 0,1 M

4.1.3. Soluzione di fenolftaleina al 98%, ($C_{20}H_{14}O_4$) [N. CAS 77-09-8]

4.1.4. Acido cloridrico al 37% (HCl) [N. CAS 7647-01-0].

4.1.5. Soluzione di iodio (I_2) [N. CAS 7553-56-2] 0,005 M

4.1.6. Ioduro di potassio al 99,0% (KI) [N. CAS 7681-11-0]

4.1.7. Amido $(C_6H_{10}O_5)_n$ [N. CAS 9005-84-9]

4.1.8. Tetraborato di sodio al 99,5% ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) [N. CAS 1303-96-4]

4.1.9. Soluzione di acido acetico al 99,8% (CH□COOH) [N. CAS 64-19-7] 0,1 M

4.1.10. Acido lattico all'85% ($C_3H_6O_3$) [N. CAS 50-21-5]

Esemplare certificato conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2022

4.1.11. Cloruro di sodio al 99,0% (NaCl) [N. CAS 7647-14-5]

4.1.12. Soluzione di trifosfato di sodio al 99,5% ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) [N. CAS 10102-17-7] 0,1 M o una soluzione commerciale

4.1.13. Ammonio ferro (III) solfato al 99,0% ($Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) [N. CAS 7783-83-7] 10% (m/v)

4.1.14. Soluzione di salicilato di sodio al 99,5% ($NaC_7H_5O_3$) [N. CAS 54-21-7] 0,01 M

4.1.15. Etanolo al 96% (C_2H_6O) [N. CAS 64-17-5]

4.1.16. Acqua di tipo 1 (EN ISO 3696) o equivalente (ultrapura)

4.2. Preparazione delle soluzioni

4.2.1. Soluzione di fenolftaleina all'1% m/v

Miscelare 1 g di fenolftaleina (4.1.3) in 100 mL di etanolo (4.1.15).
Può essere utilizzata una soluzione commerciale.

4.2.2. Soluzione di amido come indicatore 5 g/L

Miscelare 5 g di amido (4.1.7) con circa 500 mL di acqua (4.1.16). Miscelando in modo continuo, portare al punto di ebollizione e lasciar bollire per 10 min. Aggiungere 200 g di cloruro di sodio (4.1.11). Una volta raffreddata la soluzione, portare l'acqua a volume di 1 L (4.1.16).

4.2.3. Soluzione satura di tetraborato di sodio circa 55 g/L

Miscelare 55 g di tetraborato di sodio (4.1.8) in un litro di acqua (4.1.16).

4.2.4. Soluzione di acido lattico 0,1 M - 90 g/L

Diluire 100 mL di acido lattico (4.1.10) in 400 mL di acqua (4.1.16). A titolo esemplificativo, riscaldare tale soluzione in bagnomaria, in una capsula per evaporazione per quattro ore, rabboccando di tanto in tanto il volume con acqua (4.1.16). Una volta raffreddata, portare l'acqua a volume di 1 L (4.1.16). Titolare l'acido lattico in 10 mL con una soluzione di idrossido di sodio (4.1.2). Aggiustare la concentrazione di soluzione di acido lattico a 90 g/L.

Esemplare certificato conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2022

5. Apparecchiatura

5.1. Distillatore in corrente di vapore costituito da:

- un generatore di vapore (il vapore deve essere privo di biossido di carbonio),
- un gorgogliatore,
- una colonna di rettifica,
- un refrigerante.

Questo apparecchio deve superare le tre prove seguenti:

(a) Introdurre nel gorgogliatore 20 mL di acqua distillata priva di biossido di carbonio. Raccogliere 250 mL di distillato e aggiungere 0,1 mL di soluzione di idrossido di sodio (4.1.2) e due gocce di soluzione di fenolftaleina (4.2.1). La colorazione rosa deve rimanere stabile per almeno 10 secondi (ossia, il vapore risulta così privo di biossido di carbonio).

(b) Introdurre nel gorgogliatore 20 mL di soluzione di acido acetico (4.1.9). Raccogliere 250 mL di distillato. Titolare con la soluzione di idrossido di sodio (4.1.2) e due gocce di soluzione di fenolftaleina (4.2.1). Il volume del titolo deve essere pari ad almeno 19,9 mL (ossia l'acido acetico intrappolato con il vapore deve essere □99,5%).

(c) Introdurre nel gorgogliatore 20 mL di soluzione di acido lattico (4.2.4). Raccogliere 250 mL del distillato e titolare l'acidità con la soluzione di idrossido di sodio (4.1.2) e due gocce di soluzione di fenolftaleina (4.2.1). Il volume della soluzione di idrossido di sodio (4.1.2) aggiunto deve essere inferiore o uguale a 1,0 mL (ossia l'acido lattico distillato è □0,5%).

Qualsiasi apparecchio (sia esso automatico o meno) o procedura in grado di superare positivamente tali prove, soddisfa i requisiti degli apparecchi o delle procedure internazionali ufficiali.

5.2. Materiale volumetrico

5.3. Bilancia analitica verificata e tarata

5.4. Pipette volumetriche da 10 mL e 20 mL

Esemplare certificato conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2022

5.5. Buretta volumetrica

5.6. Bagnomaria

6. Procedimento

6.1. Preparazione del campione

Per eliminare il biossido di carbonio nei succhi d'uva gassificati:

introdurre circa 50 mL di succo d'uva, succo d'uva ricostituito o nettare d'uva in una beuta da vuoto; applicare il vuoto con la pompa ad acqua per un tempo da 1 a 2 minuti continuando ad agitare. Si possono utilizzare altri sistemi, a condizione che sia garantita l'eliminazione del biossido di carbonio.

6.2. Distillazione in corrente di vapore

Introdurre nel gorgogliatore 20 mL di succo d'uva, succo d'uva ricostituito, succo d'uva concentrato* o nettare d'uva. Aggiungere circa 0,5 g di acido tartarico (4.1.1). Raccogliere almeno 250 mL di distillato.

* Il succo d'uva concentrato deve essere diluito (ad esempio da 200 g a 500 mL) e il risultato deve poi essere moltiplicato per il fattore di diluizione (F=2,5, in questo caso).

6.3. Titolazione

Titolare con la soluzione di idrossido di sodio (4.1.2), utilizzando come indicatore due gocce di soluzione di fenolftaleina (4.2.1). Sia n il volume usato espresso in mL di soluzione di idrossido di sodio (4.1.2). Aggiungere quattro gocce di acido cloridrico (4.1.4) diluito 1:4 (v/v),con acqua (4.1.16), 2 mL di soluzione di amido (4.2.2) e alcuni cristalli di ioduro di potassio (4.1.6). Titolare l'anidride solforosa libera con la soluzione di iodio (4.1.5). Sia n' il volume usato espresso in mL. Aggiungere la soluzione satura di tetraborato di sodio (4.2.3) fino alla ricomparsa della colorazione rosa. Titolare l'anidride solforosa combinata con la soluzione di iodio (4.1.5). Sia n'' il volume usato espresso in mL.

7. Calcoli (Risultati)

7.1. Metodo di calcolo

L'acidità volatile espressa in milliequivalenti per litro con una cifra decimale è data da:

Esemplare certificato conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2022

$$5(n - 0.1n' - 0.05n)$$

L'acidità volatile espressa in grammi di acido acetico per litro con due cifre decimali è data da:

$$0.30(n - 0.1n' - 0.05n'')$$

n = volume (mL) di soluzione di idrossido di sodio utilizzato (4.1.2)

n' = volume (mL) di soluzione di iodio (4.1.5) utilizzato nella titolazione della SO_2 libera

n" = volume (mL) di soluzione di iodio (4.1.5) utilizzato per la titolazione della SO_2 combinata

Nota: Nel caso del succo d'uva concentrato, moltiplicare il risultato per il fattore di diluzione (F).

7.2. Campioni che presentano acido sorbico

Poiché il 96% di acido sorbico viene distillato tramite vapore con un volume di distillato di 250 mL, la sua acidità deve essere sottratta dall'acidità volatile. Ciò sapendo che 100 mg di acido sorbico corrispondono a un'acidità di 0,89 milliequivalenti o 0,053 g di acido acetico e conoscendo la concentrazione di acido sorbico in mg/L determinata mediante altri metodi.

7.3. Campioni che presentano acido salicilico

7.3.1. Identificazione dell'acido salicilico nel distillato di acidità volatile

Subito dopo la determinazione dell'acidità volatile e la correzione relativa all'anidride solforosa libera e combinata, introdurre in una beuta 0,5 mL di acido cloridrico (4.1.4), 3 mL della soluzione di tiosolfato di sodio (4.1.12) e 1 mL della soluzione di solfato di ferro (III) ammonio (4.1.13). Se l'acido salicilico è presente, apparirà una colorazione viola.

7.3.2. Determinazione dell'acido salicilico

Sulla beuta sopramenzionata, indicare il volume del distillato con una marcatura di riferimento. Svuotare e sciacquare la beuta. Sottoporre un nuovo campione di 20 mL di succo d'uva o di succo d'uva ricostituito o di succo d'uva concentrato* (vedi punto 6.2) o di nettare d'uva a distillazione in corrente di vapore e raccogliere il distillato

Esemplare certificato conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2022

nella beuta fino a raggiungimento della marcatura di riferimento. Assicurarsi che venga raccolto lo stesso volume di distillato come al punto 7.3.3. Aggiungere 0,3 mL di acido cloridrico (4.1.4) e 1 mL della soluzione di solfato di ferro (III) ammonio (4.1.13). Il contenuto della beuta diventa di colore viola. In una beuta identica a quella che porta la marcatura di riferimento introdurre acqua distillata (4.1.16) fino a raggiungimento dello stesso livello del distillato. Aggiungere 0,3 mL di acido cloridrico (4.1.4) e 1 mL della soluzione di solfato di ferro (III) ammonio (4.1.13). Titolare l'acqua distillata nella beuta con una soluzione di salicilato di sodio (4.1.14) finché la colorazione viola ottenuta raggiunge la stessa intensità di quella della beuta contenente il distillato. Sia n''' (in mL) il volume di soluzione aggiunto dalla buretta.

7.3.3. Correzione dell'acidità volatile

Sottrarre il volume 0,1 x n''' (in mL) dal volume n della soluzione di idrossido di sodio (4.1.2) impiegato per titolare l'acidità del distillato nella determinazione dell'acidità volatile.

8. Caratteristiche indicative del metodo

È stato condotto uno studio di validazione con il succo d'uva allo scopo di valutare l'idoneità del metodo per le matrici in questione, prendendo in considerazione la linearità, i limiti di rivelabilità e quantificazione e l'accuratezza del metodo. L'ultimo parametro è stato determinato definendo i livelli di precisione ed esattezza del metodo.

8.1. Linearità del metodo

Il metodo si è dimostrato lineare all'interno dell'intervallo 0,11 g/L-1,09 g/L indicato nella tabella 1.

8.2. Limite di rivelabilità e limite di quantificazione

Il limite di rivelabilità (LOD) e il limite di quantificazione (LOQ) sono stati calcolati a partire da 7 ripetizioni analitiche di una soluzione acquosa di acido acetico 0,11 g/L e sono uguali a 3 volte lo scarto tipo per il LOD e 10 volte lo scarto tipo per il LOQ (tabella 1).

8.3. Precisione del metodo

I parametri presi in considerazione sono stati la ripetibilità e la riproducibilità, i cui valori sono riportati nella tabella 1. La ripetibilità è stata espressa come scarto tipo relativo (RSD%) delle misure ripetute a diverse concentrazioni ricavate per il succo

Esemplare certificato conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2022

d'uva. La riproducibilità è stata espressa come la media dello scarto tipo relativo (RSD%) % delle misurazioni dello stesso campione di succo d'uva, effettuate da diversi operatori.

8.4. Esattezza del metodo

La percentuale del recupero è stata determinata utilizzando un campione di succo d'uva arricchito in 6 concentrazioni diverse di acido acetico, in un intervallo compreso tra 0,11 g/L e 1,09 µg/L.

Tabella 1. Caratteristiche del metodo

Intervallo di linearità (g/L di acido acetico)	Coefficiente di correlazione (r2)	LOD (g/L di acido acetico)	LOQ (g/L di acido acetico)	Ripetibilità (n=7) RSD%	Riproducibilità (n=7) RSD%	Recupero medio (%)
0,11-1,09	0,9905	0,09	0,16	2,75	3,15	103,63

9. Bibliografia

1. Raccolta dei metodi internazionali di analisi dei vini e dei mosti dell'OIV. Metodo OIV-MA-AS313-02:R2015.
2. BS EN ISO 3696, Acqua per uso analitico di laboratorio – Specifiche tecniche e metodi di prova, 1995.

Esemplare certificato conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2022