RISOLUZIONE OIV-OENO 591A-2018

DIOSSIDO DI ZOLFO LIBERO – AGGIORNAMENTO DEL METODO OIV-MA-AS323-04A

ATTENZIONE: questa risoluzione annulla il seguente metodo:
- OIV-MA-AS323-05
ATTENZIONE: questa risoluzione modifica il seguente metodo:
- OIV-MA-AS323-04A

L'ASSEMBLEA GENERALE,

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

SU PROPOSTA della Sottocommissione "Metodi di analisi",

CONSIDERATI i lavori della Sottocommissione "Metodi di analisi" relativi alla revisione dei metodi di analisi e, soprattutto, i risultati del questionario preparato nel 2009 dalla stessa Sottocommissione, il cui obiettivo era raccogliere informazioni sull'applicazione dei metodi dell'OIV da parte dei laboratori incaricati dell'analisi dei vini e dei mosti,

DECIDE di eliminare il metodo OIV-MA-AS323-05 della Raccolta dei metodi internazionali di analisi dei vini e dei mosti, dato che non vi è più necessità di distinguere il caso particolare relativo al succo d'uva,

DECIDE di modificare e sostituire il metodo OIV-MA-AS323-04A della Raccolta dei metodi internazionali di analisi dei vini e dei mosti e di suddividerlo in due metodi distinti: determinazione del diossido di zolfo libero e determinazione del diossido di zolfo totale. Il metodo relativo alla determinazione del diossido di zolfo libero viene modificato come segue:

DIOSSIDO DI ZOLFO LIBERO – AGGIORNAMENTO DEL METODO OIV-MA-AS323-04A

Metodo tipo IV

1. Campo di applicazione

Il presente metodo consente di determinare il diossido di zolfo libero presente nei

Esemplare certificato conforme Punta del Este, 23 novembre 2018
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

mosti e nei vini.

2. Definizioni

Per "diossido di zolfo libero" s'intende il diossido di zolfo presente nel vino e nel mosto nelle forme seguenti: H_2SO_3 e $H_2SO_3^-$, il cui equilibrio è in funzione del pH e della temperatura:

$$H_2SO_3 \leftrightarrows H^+ + HSO_3^-$$

dove H_2SO_3 rappresenta il diossido di zolfo nella forma molecolare.

3. Principio

Il diossido di zolfo viene trascinato da una corrente d'aria o d'azoto; viene fissato e ossidato mediante gorgogliamento in una soluzione diluita e neutra di perossido d'idrogeno. L'acido solforico che si forma viene titolato mediante una soluzione a titolo noto di idrossido di sodio.

Poiché la quantità di diossido di zolfo trascinata dipende fortemente dalla temperatura, si è deciso di lavorare a temperatura ambiente (tra 18 e 24 °C). Questa temperatura, così come i flussi di aria o azoto, deve essere mantenuta quanto più possibile costante durante l'intero processo di determinazione.

4. Reagenti e prodotti

4.1. Acido fosforico puro all'85% (ρ_{20}= 1,71 g/mL) (N. CAS 7664-38-2)

4.2. Acido fosforico diluito (concentrazione circa 25,5% m/v):

Esempio: Diluire 300 mL di acido fosforico all'85% (4.1) in un 1 L d'acqua per uso analitico.

4.3. Reagenti indicatori:

Rosso di metile (N. CAS 493-52-7)	100 mg (±1 mg)

Esemplare certificato conforme Punta del Este, 23 novembre 2018
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

Blu di metilene (N. CAS 7220-79-3)	50 mg (±0.5 mg)
Etanolo (≥ 95%) (N. CAS 64-17-5)	50 mL

Portare al volume di 100 mL con dell'acqua per uso analitico. Rispettare le proporzioni per volumi diversi da 100 mL.

I reagenti indicatori commerciali con la stessa composizione possono essere utilizzati

4.4. Idrossido di sodio in soluzione 1 M (3,84%) oppure idrossido di sodio anidro (sfere) (N. CAS 1310-73-2)

4.5. Soluzione di idrossido di sodio 0,01 M:

Esempio: Diluire 10,0 mL di idrossido di sodio 1 M (4.4) in 1 L d'acqua per uso analitico.

Se necessario, controllare regolarmente il titolo della soluzione (deve essere applicato il fattore di correzione) e proteggerla dalla CO_2 atmosferica.

4.6. Soluzione di perossido d'idrogeno a 3 volumi (= 9,1 g/L = 0,27 mol/L di H202), preparata in laboratorio o commerciale (ad es. H_2O_2 al 30%: N. CAS della miscela 7722-84-1).

Nota: Una soluzione al 30% in massa corrisponde a un titolo di 110 volumi ($\rho_{20} \cong$ 1,11 g/mL), in riferimento al volume di ossigeno idealmente rilasciato per litro di H_2O_2 a temperatura e pressione standard, mentre una soluzione al 3% in massa ($\rho_{20} \cong$ 1 g/mL) corrisponde a un titolo di 10 volumi (0,89 mol/L). La preparazione dipenderà quindi dalla soluzione commerciale utilizzata, considerando che, in ogni caso, il volume utilizzato nel metodo sarà in eccesso.

5. Strumentazione

Lo strumento utilizzato deve essere conforme allo schema riportato di seguito, in particolare per quanto riguarda il refrigerante.

Il tubo di adduzione del gas nel gorgogliatore B termina con una sferetta del diametro di 1 cm portante sulla circonferenza massima orizzontale 20 fori del diametro di 0,2 mm. Esso può anche determinare con una piastra di vetro sinterizzato che assicuri la formazione di un elevato numero di bolle molto piccole che consentano di realizzare un buon contatto fra le fasi gassosa e liquida.

Il flusso di gas attraverso lo strumento deve essere di circa 40 L/h. La bottiglia posta a

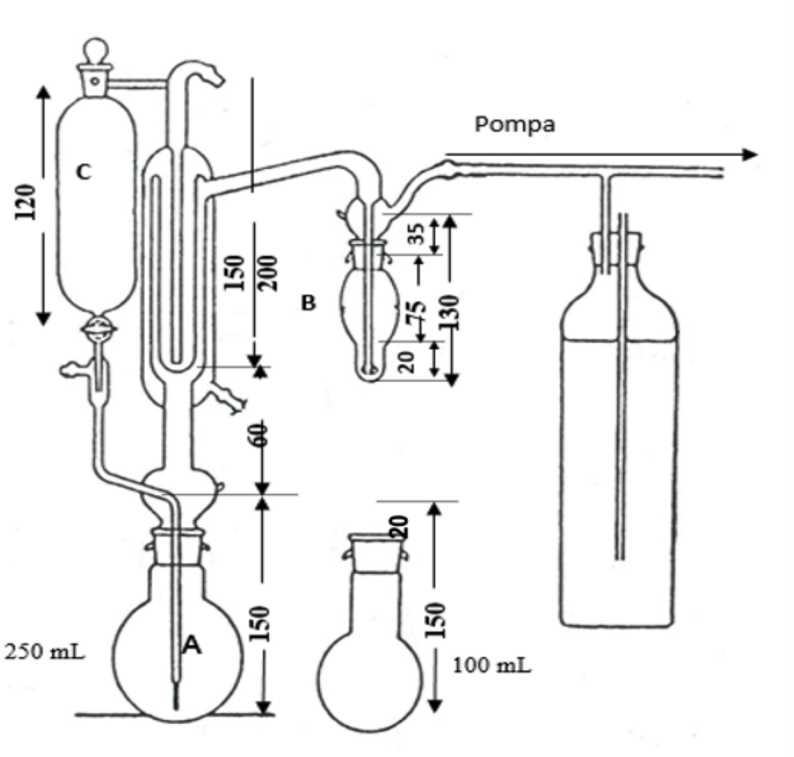
Esemplare certificato conforme Punta del Este, 23 novembre 2018
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

destra dello strumento ha lo scopo di limitare al valore di 20-30 cm di acqua la depressione prodotta dalla pompa a caduta d'acqua. Per poter regolare tale depressione in modo da avere un flusso corretto, è opportuno inserire fra il gorgogliatore e la bottiglia un flussimetro a tubo semicapillare.

Il pallone A deve essere mantenuto a una temperatura compresa tra 18 e 24 °C per tutta la durata della distillazione. Se la temperatura ambiente in laboratorio non rientra in questi limiti o se si utilizza acido fosforico all'85%, la cui aggiunta potrebbe portare a un aumento notevole della temperatura nel pallone, spetta all'utilizzatore adottare misure adeguate (ad esempio mediante un bagno termostatato).

Figura 1 - Le dimensioni sono riportate in millimetri. I diametri interni dei 4 tubi concentrici che costituiscono il refrigerante sono: 45, 34, 27 e 10 mm



6. Procedimento

Si consiglia di ripulire lo strumento con aria o azoto prima di ogni determinazione (ad esempio per 5 minuti). Se viene condotto un test sul bianco: il colore dell'indicatore

Esemplare certificato conforme Punta del Este, 23 novembre 2018
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

dell'acqua ossigenata neutralizzata all'uscita del tubo di adduzione non deve cambiare.

- Connettere l'acqua del refrigerante.
- Controllare la temperatura del laboratorio o riequilibrare il bagnomaria tra 18 °C e 24 °C.
- Nel gorgogliatore B dello strumento di trascinamento, introdurre 2-3 mL di soluzione di perossido d'idrogeno (4.6), 2 gocce di reagente indicatore (4.3) e procedere alla neutralizzazione mediante la soluzione di idrossido di sodio 0,01 M (4.5); un pH neutro equivale a una colorazione verde.

Nota: Per serie di campioni molto numerose, è anche possibile preparare una soluzione di H_2O_2 già neutralizzata prima di introdurla nel pallone.
Adattare le concentrazioni e i volumi di conseguenza, tenendo conto di dover mantenere il potere ossidativo della soluzione (durata ridotta di conservazione).

- Adattare il gorgogliatore allo strumento.
- Nel pallone A da 250 mL, introdurre 50 mL di campione e collegarlo allo strumento.
- Nel palloncino di raccolta C, introdurre 15 mL di acido fosforico diluito (4.2).

Nota: Se la concentrazione prevista di diossido di zolfo libero è superiore a 50 mg/L, potrebbe essere necessario utilizzare acido fosforico all'85% (4.1). Tuttavia, assicurarsi che la temperatura nel pallone A non aumenti durante l'aggiunta.

- Aprire il rubinetto per aggiungere l'acido al campione e, contemporaneamente, avviare il flusso del gas e il timer, quest'ultimo impostato su 15 minuti. Il diossido di zolfo libero trascinato viene ossidato ad acido solforico.
- Dopo 15 minuti rimuovere il gorgogliatore B e risciacquare il tubo di adduzione del gas con acqua (partendo dal giunto).
- Titolare l'acido formato con la soluzione di idrossido di sodio 0,01 M (4.5) fino a viraggio verso il verde.

Sia n il numero di mL versati.

Esemplare certificato conforme Punta del Este, 23 novembre 2018
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

7. Calcolo ed espressione dei risultati

Il diossido di zolfo libero si esprime in milligrammi per litro (mg/L), senza decimali.
Calcolo: Diossido di zolfo libero in milligrammi per litro: 6,4 n

8. Bibliografia

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

© OIV 2018

Esemplare certificato conforme Punta del Este, 23 novembre 2018
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Jean-Marie AURAND