RISOLUZIONE OIV-OENO 591B-2018

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

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 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 totale viene modificato come segue:

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

Metodo di tipo

1. Campo di applicazione

Il presente metodo consente di determinare il diossido di zolfo totale presente nei vini e nei mosti.

2. Definizioni

Per "diossido di zolfo totale" s'intende l'insieme delle diverse forme di diossido di zolfo,

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

© OIV 2018

sia allo stato libero che come composto, presenti nel vino.

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.

Il diossido di zolfo totale viene estratto dal vino tramite trascinamento a caldo (a circa 100 °C).

4. Reagenti e prodotti

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

4.2. Reagenti indicatori:

Rosso di metile (CAS no. 493-52-7)	100 mg (±1 mg)
Blu di metilene (CAS no. 7220-79-3)	50 mg (±0.5 mg)
Etanolo (≥ 95%) (CAS no. 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

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

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

Esempio: Diluire 10,0 mL di idrossido di sodio 1 M (4.3) 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.

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

© OIV 2018

4.5. Soluzione di perossido d'idrogeno a 3 volumi (= 9,1 g/L = 0,27 mol/L di H_2O_2), preparata in laboratorio o commerciale (ad es. H2O2 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.

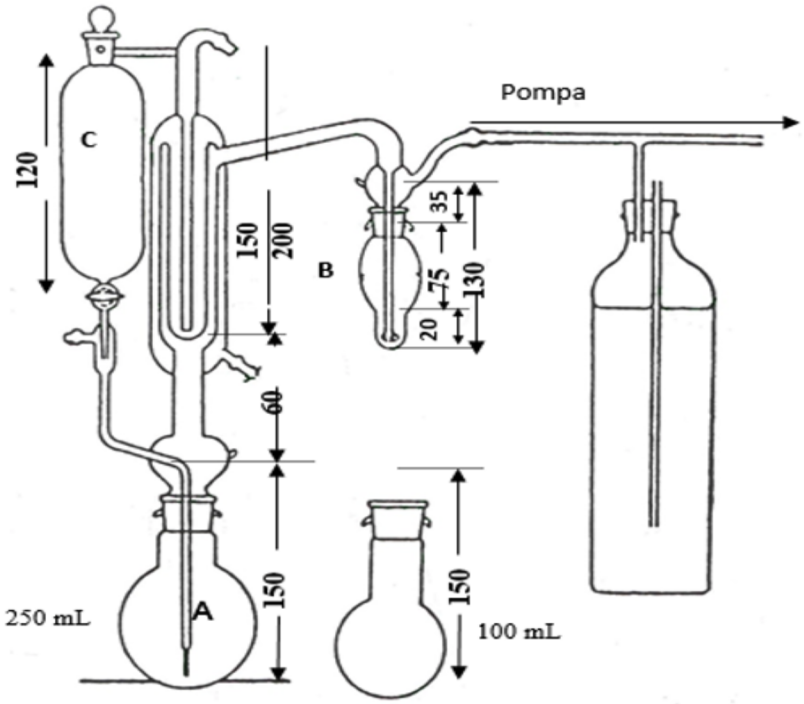
Il flusso di gas attraverso lo strumento deve essere di circa 40 L/h. La bottiglia posta a destra dello strumento ha lo scopo di limitare al valore di 20-30 cm di acqua la depressione prodotta dalla pompa a caduta d'acqua. Per poter regolare tale depressione in modo da avere un flusso corretto, è opportuno inserire fra il gorgogliatore e la bottiglia un flussimetro a tubo semicapillare. Per poter determinare il diossido di zolfo totale, è consigliabile utilizzare un bruciatore (fiamma la cui altezza sia di 4-5 cm o infrarossi) che consente molto rapidamente il raggiungimento dell'ebollizione. Sotto il pallone A non collocare una reticella spargifiamma, ma piuttosto un deflettore con un foro di 2-4 cm: si evita così che le sostanze da estrarre dal vino vengano pirogenate sulle pareti del pallone.

Utilizzare un pallone A da 250 mL se l'aliquota di campione è di 50 mL e un pallone da 100-150 mL se l'aliquota è di 20 mL.

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.

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

© OIV 2018



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

- Connettere l'acqua del refrigerante.
- Nel gorgogliatore B dello strumento di trascinamento, introdurre 2-3 mL di soluzione di perossido d'idrogeno (4.5), 2 gocce di reagente indicatore (4.2) e procedere alla neutralizzazione mediante la soluzione di idrossido di sodio 0,01 M (4.4); 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).

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

© OIV 2018

- Adattare il gorgogliatore allo strumento.
- Nel pallone A, introdurre:

50 mL del campione, se il contenuto presunto del campione è < 50 mg/L di SO_2 totale,
20 mL del campione, se il contenuto presunto del campione è ≤ 50 mg/L di SO_2 totale,
e collegare il pallone allo strumento.

- Nel palloncino di raccolta C, introdurre:

15 mL di acido fosforico (4.1), se il contenuto presunto del campione è < 50 mg/L di SO_2 totale,
5 mL di acido fosforico (4.1), se il contenuto presunto del campione è □ 50 mg/L di SO_2 totale.

- Aprire il rubinetto per aggiungere l'acido al campione, accendere la fonte di calore e, contemporaneamente, avviare il flusso del gas e il timer, quest'ultimo impostato su 15 minuti. Durante il passaggio del gas, mantenere l'ebollizione. Il diossido di zolfo totale trascinato viene ossidato ad acido solforico.
- Dopo 15 minuti, spegnere la fonte di calore, 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 (4.4) fino a viraggio verso il verde.

Sia n il numero di mL versati.

7. Calcolo ed espressione dei risultati

Il diossido di zolfo totale si esprime in milligrammi per litro (mg/L), senza decimali.
Calcoli:

- Campioni a basso contenuto di diossido di zolfo (aliquota da 50 mL): 6,4 n
- Altri campioni (aliquota da 20 mL): 16 n

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

© OIV 2018

8. Precisione

8.1. Ripetibilità (r)

Contenuto < 50 mg/L (aliquota da 50 mL), r = 1 mg/L
Contenuto ≥ 50 mg/L (aliquota da 20 mL), r = 6 mg/L

8.2. Riproducibilità (R)

Contenuto < 50 mg/L (aliquota da 50 mL), R = 9 mg/L
Contenuto ≥ 50 mg/L (aliquota da 20 mL), R = 15 mg/L

9. Bibliografia

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

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

© OIV 2018