RESOLUTION OIV-OENO 662G-2025

BESTIMMUNG DER GESAMTSÄURE VON TRAUBENSAFT, RÜCKVERDÜNNTEM TRAUBENSAFT, KONZENTRIERTEM TRAUBENSAFT UND TRAUBENNEKTAR MITTELS TITRATION

Typ IV-Methode

DIE GENERALVERSAMMLUNG,

GESTÜTZT auf Artikel 2 Absatz IV des Übereinkommens vom 3. April 2001 zur Gründung der Internationalen Organisation für Rebe und Wein,

AUF VORSCHLAG der Unterkommission „Analysemethoden“,

IN DER ERWÄGUNG, dass für konzentrierten Traubensaft die Anwendung der Methode OIV-MA-F1-05 (Gesamtsäure) der *Sammlung internationaler Analysemethoden für Wein und Most* für die Analyse von Traubenzucker (rektifiziertes Traubenmostkonzentrat) vorgeschlagen wird,

IN DER ERWÄGUNG, dass in Ziffer 7.2 für Traubensaft, rückverdünnten Traubensaft und Traubennektar die Anwendung der Methode OIV-MA-AS313-01 (Gesamtsäure) der *Sammlung internationaler Analysemethoden für Wein und Most* vorgeschlagen wird,

BESCHLIESST, die folgende Methode hinzuzufügen:

BESTIMMUNG DER GESAMTSÄURE VON TRAUBENSAFT, RÜCKVERDÜNNTEM TRAUBENSAFT, KONZENTRIERTEM TRAUBENSAFT UND TRAUBENNEKTAR MITTELS TITRATION

1. Anwendungsgebiet

Die Analysemethode dient der Bestimmung der Gesamtsäure von Traubensaft, rückverdünntem Traubensaft, konzentriertem Traubensaft und Traubennektar zwischen 12,6 meq/L und 145,7 meq/L.

2. Definition

Die Gesamtsäure von Traubensaft, rückverdünntem Traubensaft, konzentriertem Traubensaft und Traubennektar ist die Summe aller titrierbaren Säuren, wenn der pH-

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

Wert durch Zugabe einer alkalischen Maßlösung auf 7,0 eingestellt wird.
Kohlensäure ist in der Gesamtsäure nicht enthalten.

3. Prinzip

3.1. Potentiometrische Titration oder Titration in Gegenwart von Bromthymolblau als Indikator des Endpunkts der Reaktion gegen eine Farbvergleichslösung.
Hinweis: Potentiometrische Titration sollte bevorzugt angewendet werden, da sie ein nachhaltigerer Ansatz ist.

4. Reagenzien und Materialien

4.1. Reagenzien

4.1.1. Monokaliumphosphat (KH2PO4) CAS [7778-77-0]
4.1.2. 1 M Natriumhydroxid (NaOH) CAS [1310-73-2]
4.1.3. Kaliumhydrogenphthalat ($C_8H_5KO_4$) CAS [877-24-7]
4.1.4. Bromothymolblau ($C_{27}H_{28}Br_2O_5S$) CAS [76-59-5]
4.1.5. Neutraler Alkohol 96 % v/v (C□H□OH) CAS [64-17-5]
4.1.6. Gereinigtes Wasser in Laborqualität oder gleichwertiger Qualität gemäß EN ISO 3696

4.2. Herstellung von Lösungen

4.2.1. Pufferlösung pH 7,0 (1 L):

Monokaliumphosphat (4.1.1) :107,3 g
1 M Natronlauge (4.1.2): 500 mL
Wasser (4.1.6) zum Auffüllen auf 1000 mL

4.2.2. Pufferlösung pH 4,0 (1L):

Kaliumhydrogenphthalat (4.1.3): 10,211 g
Wasser (4.1.6) zum Auffüllen auf: 1000 mL
Hinweis: Es können auch andere Pufferlösungen zur Kalibrierung verwendet werden, um den pH-Wert der zu analysierenden Matrices anzupassen. Handelsübliche Pufferlösungen, die auf das SI rückführbar sind, können ebenfalls verwendet werden.

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER
© OIV 2025

4.2.3. 0,1 M Natronlauge (1 L):

1 M Natriumhydroxidlösung (4.1.2): 100 mL
Wasser (4.1.6) zum Auffüllen auf 1000 mL

4.2.4. Bromthymolblau-Indikatorlösung, 4 g/L (1 L):

Bromthymolblau (4.1.4): 4 g
Neutraler Alkohol 96 % v/v (4.1.5) 200 mL
Lösen und zugeben:

- Wasser (4.1.6) 200 mL
- 1 M Natronlauge (4.1.2) bis zum Farbumschlag nach blaugrün
  - (pH 7) etwa 7,5 mL
  - Wasser (4.1.6) zum Auffüllen auf : 1000 mL

Hinweis: Für alle aufgeführten Lösungen können handelsübliche Produkte verwendet werden.

5. Geräte

5.1. Potentiometer mit pH-Skala und Elektroden.
5.2. Vakuumsystem
5.3. Saugflasche, 500 mL
5.4. Messzylinder, 250 mL und 600 mL oder jedes geeignete Behältnis
5.5. Messpipetten, 10 mL
5.6. Messpipetten, 50 mL
5.7. Büretten
5.8. Rührer
5.9. Waage mit einer Auflösung von 0,1 mg

6. Durchführung der Bestimmung

6.1. Vorbereitung der Probe

6.1.1. Konzentrierter Traubensaft:

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

Den konzentrierten Traubensaft auf 40 % w/w auffüllen. Z.B. 200 g konzentrierten Traubensaft in einen 600 mL-Messkolben einwiegen, mit Wasser (4.1.6) auf 500 g auffüllen und homogenisieren (Verdünnungsfaktor F = 2,5).

6.1.2. Traubensaft, rückverdünnter Traubensaft und Traubennektar mit zugesetzter Kohlensäure:

Etwa 50 mL Probe in eine Saugflasche geben, 1 bis 2 Minuten schütteln und mithilfe des Vakuumsystems Unterdruck herstellen. Zur Entfernung des CO_2 können andere geeignete Systeme verwendet werden.

6.2. Potentiometrische Titration

6.2.1. Eichung des pH-Meters

Das pH-Meter muss für den Zweck der Methode geeicht sein.

6.2.2. Durchführung der Bestimmung

In einen Messzylinder (5.4) 10 mL oder 50 mL der gemäß Ziffer 6.1.2 vorbereiteten Probe geben, etwa 10 mL Wasser (4.1.6) ohne CO_2 zugeben und mit 0,1 M Natronlauge (4.2.3) mithilfe einer Bürette titrieren bis der pH-Wert 7,0 bei 20 °C erreicht ist. Die Natronlauge muss langsam zugegeben und die Lösung ständig gerührt werden. n = mL der zugesetzten 0,1 M Natronlauge.

Hinweis: Für die Verwendung automatischer Titratoren können Volumenanpassungen vorgenommen werden.

6.3. Titration mit Indikator (Bromthymolblau)

6.3.1. Vorversuch: Herstellung der Farbvergleichslösung

In einen Messzylinder (5.4) 25 mL Wasser (4.1.6), 1 mL Bromthymolblaulösung (4.2.4) und 10 mL der gemäß 6.1.2 oder 50 mL der gemäß 6.1.1 vorbereiteten Probe geben. 0,1 M Natronlauge (4.2.3) bis zum Farbumschlag nach blaugrün und anschließend 5 mL der Pufferlösung pH 7,0 (4.2.1) zugeben.

6.3.2. Messung

In einen Messzylinder (5.4) 30 mL Wasser (4.1.6), 1 mL Bromthymolblaulösung (4.2.4) und 10 mL der gemäß 6.1.2 oder 50 mL der gemäß 6.1.1 vorbereiteten Probe geben. 0,1 M Natronlauge (4.2.3) zugeben, bis der im Vorversuch (6.3.1) ermittelten Farbton erreicht ist. n = mL zugesetzte 0,1 M Natronlauge.

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

7. Berechnung und Angabe der Ergebnisse

7.1. Berechnung für konzentrierten Traubensaft

- Die Gesamtsäure, ausgedrückt als Milliäquivalent je Kilogramm (meq/kg) konzentrierter Traubensaft, beträgt: A = (1000 x *n* x M / v) x F

A = 5 x n
n = Volumen (mL) der verwendeten 0,1 M Natronlauge
M = Stoffmengenkonzentration von NaOH - 0,1 M
v = Probevolumen – 50 mL
F = Verdünnungsfaktor – 2,5

- Die Gesamtsäure, ausgedrückt als Milliäquivalent je Kilogramm (meq/kg) Gesamtzucker, beträgt:

A = (500 x *n*)/P
P = Gesamtzuckergehalt in % (w/w)
n = Volumen (mL) der verwendeten 0,1 M Natronlauge
Die Ergebnisse werden mit einer Dezimalstelle angegeben.

7.2. Berechnung für Traubensaft, rückgewonnenen Traubensaft und Traubennektar

- Die Gesamtsäure, ausgedrückt als Milliäquivalent je Liter (meq/L), beträgt:

A = 10 x *n*
n = Volumen (mL) der verwendeten 0,1 M Natronlauge
Das Ergebnis wird mit einer Dezimalstelle angegeben.

- Die Gesamtsäure, ausgedrückt als Gramm Weinsäure je Liter, beträgt:

A' = 0,075 x A
A = Gesamtsäure, ausgedrückt als Milläquivalent je Liter (meq/L)

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

Das Ergebnis wird mit zwei Dezimalstellen angegeben.

- Die Gesamtsäure, ausgedrückt als Gramm Schwefelsäure je Liter, beträgt:

A' = 0,049 x A

A = Gesamtsäure, ausgedrückt als Milläquivalent je Liter (meq/L)

Das Ergebnis wird mit zwei Dezimalstellen angegeben.

8. Eigenschaften der Methode

Für den Ansatz der potentiometrischen Titration wurde eine Validierungsstudie in Bezug auf die Präzision der Methode durchgeführt.

8.1. Präzision der Methode

Berücksichtigt wurden die Wiederholbarkeit (r) und die Laborpräzision (IP). Die Wiederholbarkeit wurde als Standardabweichung der Wiederholbarkeit (Sr) von 21 Messungen von rotem Traubensaft ausgedrückt. Die Laborpräzision wurde ausgedrückt als Standardabweichung (SIP) von 15 Messungen der gleichen Probe von rotem Traubensaft, die an verschiedenen Tagen durchgeführt wurden.
Die Werte dieser Parameter sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1 – Eigenschaften der Methode

Linearitätsbereich (meq/L)	Korrelations-koeffizient (r^2)	Wiederhol-barkeit Standard-Abweichung (Sr) (meq/L)	Laborpräzision Standard-abweichung (SIP) (meq/L)
12,6 – 145,7	0,9994	0,8	2,1

9. Literatur

1. OIV-Sammlung internationaler Analysemethoden für Wein und Most, Methode OIV-MA-F1-05 (für konzentrierten Traubensaft
2. OIV-Sammlung internationaler Analysemethoden für Wein und Most, Methode OIV-MA-AS313-01 (für Traubensaft, rückverdünnten Traubensaft und Traubennektar)

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

3. BS EN ISO 3696, Wasser für analytische Laborzwecke - Spezifikation und Prüfverfahren, 1995.

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025