РЕЗОЛЮЦИИ OIV-OENO 662G-2025

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩИХ ТИТРУЕМЫХ КИСЛОТ В ВИНОГРАДНОМ СОКЕ, ВОССТАНОВЛЕННОМ ВИНОГРАДНОМ СОКЕ, КОНЦЕНТРИРОВАННОМ ВИНОГРАДНОМ СОКЕ И ВИНОГРАДНОМ НЕКТАРЕ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Метод IV типа

ГЕНЕРАЛЬНАЯ АССАМБЛЕЯ,

НА ОСНОВАНИИ статьи 2, пункта iv Соглашения от 3 апреля 2001 года о создании Международной организации по виноградарству и виноделию,

ПО ПРЕДЛОЖЕНИЮ Подкомиссии «Методы анализа»,

ПРИНИМАЯ ВО ВНИМАНИЕ, что для концентрированного виноградного сока предлагается метод анализа виноградного сахара (ректифицированные концентрированные сусла) OIV-MA-F1-05 (Общие титруемые кислоты) из Сборника международных методов анализа и оценки вин и сусел,

ПРИНИМАЯ ВО ВНИМАНИЕ, что для виноградного сока, восстановленного виноградного сока и виноградного нектара предлагается метод OIV-MA-AS313-01 (Общие титруемые кислоты) из Сборника международных методов анализа и оценки вин и сусел,

ПРИНИМАЕТ РЕШЕНИЕ о добавлении следующего метода:

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩИХ ТИТРУЕМЫХ КИСЛОТ В ВИНОГРАДНОМ СОКЕ, ВОССТАНОВЛЕННОМ ВИНОГРАДНОМ СОКЕ, КОНЦЕНТРИРОВАННОМ ВИНОГРАДНОМ СОКЕ И ВИНОГРАДНОМ НЕКТАРЕ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

1. Сфера применения

Настоящий метод предназначен для определения общих титруемых кислот в виноградном соке, восстановленном виноградном соке, концентрированном виноградном соке и виноградном нектаре в диапазоне 12,6–145,7 мг-экв/л.

Сертификат соответствия Кишинёв, 20 июня 2025
Генеральный директор OIV
Секретарь Генеральной Ассамблеи
Джон БАРКЕР

© OIV 2025

2. Определение

Общие титруемые кислоты в виноградном соке, восстановленном виноградном соке, концентрированном виноградном соке и виноградном нектаре — это суммарное количество титруемых кислот, определяемое титрованием стандартным щелочным раствором до pH 7.

Общие титруемые кислоты не включают диоксид углерода.

3. Принцип

Потенциометрическое титрование (рекомендуется) или титрование с бромтимоловым синим в качестве индикатора и сравнение с эталоном конечного цвета.

Примечание. Следует отдавать предпочтение потенциометрическому титрованию, поскольку этот метод является более надежным.

4. Реагенты и материалы

4.1. Реагенты

4.1.1. Монофосфат калия, KH_2PO_4, номер CAS 7778-77-0.

4.1.2. Гидроксид натрия, NaOH, 1 M раствор, номер CAS 1310-73-2.

4.1.3. Гидрофталат калия, $C_8H_5KO_4$, номер CAS 877-24-7.

4.1.4. Бромтимоловый синий, $C_{27}H_{28}Br_2O_5S$, номер CAS 76-59-5.

4.1.5. Нейтральный этанол, 96 % об., C□H□OH, номер CAS 64-17-5.

4.1.6. Очищенная вода для лабораторных исследований или эквивалентной чистоты согласно требованиям стандарта EN ISO 3696.

4.2. Приготовление растворов

4.2.1. Буферный раствор с pH 7,0 (1 л):

Монофосфат калия 4.1.1: 107,3 г.

1 M раствор гидроксида натрия 4.1.2: 500 мл

Вода 4.1.6: до 1000 мл

4.2.2. Буферный раствор с pH 4,0 (1 л):

Гидрофталат калия 4.1.3: 10,211 г

Сертификат соответствия Кишинёв, 20 июня 2025
Генеральный директор OIV
Секретарь Генеральной Ассамблеи
Джон БАРКЕР

© OIV 2025

Вода 4.1.6: до 1000 мл

Примечание. Допускается использование других калибровочных буферных растворов, чтобы обеспечить соответствие pH анализируемых матриц. Также допускается использование коммерческих калибровочных буферных растворов с прослеживаемостью к Международной системе единиц (СИ).

4.2.3. 0,1 M раствор гидроксида *натрия* (1 л):

1 M раствор гидроксида натрия 4.1.2: 100 мл

Вода 4.1.6 : до 1000 мл

4.2.4. Раствор индикатора бромтимолового синего с концентрацией 4 г/л (1 л) :

Бромтимоловый синий 4.1.4: 4 г

Нейтральный этанол, 96 % об. 4.1.5: 200 мл

Растворить и добавить:

Вода 4.1.6 : 200 мл

1 M раствор гидроксида натрия 4.1.2 в количестве, достаточном для получения сине-зеленой окраски (pH 7,0), приблизительно 7,5 мл

Вода 4.1.6 до 1000 мл.

Примечание. Допускается замена всех описанных растворов готовыми коммерческими растворами.

5. Оборудование

5.1. Потенциометр со шкалой, градуированной в единицах pH, и электроды

5.2. Вакуумная установка

5.3. Вакуумная колба емкостью 500 мл

5.4. Химические стаканы емкостью 250 мл и 600 мл или любые другие подходящие сосуды

5.5. Градуированные пипетки объемом 10 мл

5.6. Градуированные пипетки объемом 50 мл

5.7. Бюретки

5.8. Мешалка

5.9. Весы с точностью измерений 0,1 мг

6. Проведение анализа

Сертификат соответствия Кишинёв, 20 июня 2025
Генеральный директор OIV
Секретарь Генеральной Ассамблеи
Джон БАРКЕР

© OIV 2025

6.1. Подготовка образца

6.1.1. В случае концентрированного виноградного сока

Разбавить концентрированный виноградный сок до 40 % масс. Например, точно взвесить 200 г концентрированного виноградного сока и поместить его в стакан емкостью 600 мл. Долить воду 4.1.6 до 500 г и перемешать. (коэффициент разбавления F = 2,5).

6.1.2. В случае газированного виноградного сока, восстановленного виноградного сока и виноградного нектара:

Налить приблизительно 50 мл образца в вакуумную колбу и на одну-две минуты создать в ней разряжение с помощью вакуумной установки, при этом постоянно встряхивая колбу. Также допускается использование другого оборудования, позволяющего гарантированно удалить диоксид углерода.

6.2. Потенциометрическое титрование

6.2.1. Калибровка pH-метра

Для использования в данном методе, pH-метр следует откалибровать.

6.2.2. Методика измерения

Налить в химический стакан 5.4 10 мл образца, подготовленного согласно пункту 6.1.2 или 50 мл образца, подготовленного согласно пункту 6.1.1. Добавить приблизительно 10 мл дегазированной дистиллированной воды 4.1.6. Затем провести титрование 0,1 М раствором гидроксида натрия 4.2.3 до pH 7 при 20 °C. Гидроксид натрия добавляют медленно при постоянном перемешивании раствора. Пусть объем добавленного 0,1 М раствора гидроксида натрия составляет n мл.

Примечание. В случае использования автоматических титраторов объем образца может быть изменен.

6.3. Титрование с индикатором (бромтимоловым синим)

6.3.1. Предварительное испытание: определение цвета раствора в конечной точке титрования.

Налить в химический стакан 5.4 25 мл воды 4.1.6, 1 мл раствора бромтимолового синего 4.2.4 и 10 мл образца, подготовленного согласно пункту 6.1.2, или 50 мл образца, подготовленного согласно пункту 6.1.1. Добавлять 0,1 М раствор

Сертификат соответствия Кишинёв, 20 июня 2025
Генеральный директор OIV
Секретарь Генеральной Ассамблеи
Джон БАРКЕР

© OIV 2025

гидроксида натрия 4.2.3 до изменения окраски на сине-зеленую. Затем добавить 5 мл буферного раствора с pH 7 4.2.1.

6.3.2. Измерение

Налить в химический стакан 5.4 30 мл воды 4.1.6, 1 мл раствора бромтимолового синего 4.2.4 и 10 мл образца, подготовленного согласно пункту 6.1.2, или 50 мл образца, подготовленного согласно пункту 6.1.1. Добавлять 0,1 М раствор гидроксида натрия 4.2.3 до появления окраски, идентичной полученной в предварительном испытании, описанном в пункте 6.3.1. Пусть объем добавленного 0,1 М раствора гидроксида натрия составляет *n* мл.

7. Расчет и выражение результатов

7.1. Расчет для концентрированного виноградного сока

Содержание общих титруемых кислот в миллиграмм-эквивалентах на килограмм (мг-экв/кг) концентрированного сока рассчитывается по формуле:

$A = (1000 \times n \times M / v) \times F$

$A = 5 \times n$, где:

n — объем (в мл) использованного 0,1 М раствора гидроксида натрия,

M — молярная концентрация раствора гидроксида натрия, равная 0,1 М,

v — объем образца: 50 мл,

F — коэффициент разбавления: 2,5.

Содержание общих титруемых кислот в миллиграмм-эквивалентах на килограмм (мг-экв/кг) общих сахаров рассчитывается по формуле:

$A = (500 \times n)/P$, где:

P — концентрация, % (масс/ масс), общих сахаров,

n — объем (в мл) использованного 0,1 М раствора гидроксида натрия.

Результаты выражаются с точностью до одного знака после запятой.

7.2. Расчет для виноградного сока, восстановленного виноградного сока и виноградного нектара

Содержание общих титруемых кислот в миллиграмм-эквивалентах на литр (мг-экв/л) рассчитывается по формуле:

$A = 10\ n$, где:

n — объем (в мл) использованного 0,1 М раствора гидроксида натрия.

Сертификат соответствия Кишинёв, 20 июня 2025
Генеральный директор OIV
Секретарь Генеральной Ассамблеи
Джон БАРКЕР

© OIV 2025

Результаты выражаются с точностью до одного знака после запятой.

Содержание общих титруемых кислот в граммах винной кислоты на литр рассчитывается по формуле:

A' = 0,075 x A, где:

A — содержание общих титруемых кислот в миллиграмм-эквивалентах на литр (мг-экв/л).

Результаты выражаются с точностью до двух знаков после запятой.

Содержание общих титруемых кислот в граммах серной кислоты на литр рассчитывается по формуле:

A' = 0,049 x A, где:

A — содержание общих титруемых кислот в миллиграмм-эквивалентах на литр (мг-экв/л).

Результаты выражаются с точностью до двух знаков после запятой.

8. Характеристики метода

В целях оценки пригодности метода в варианте с потенциометрическим титрованием было выполнено исследование его метрологических характеристик.

8.1. Точность метода

Были произведены расчеты повторяемости (r) и промежуточной прецизионности (IP). Повторяемость выражали как стандартное отклонение повторяемости (Sr), рассчитанное на основании результатов 21 измерения образца красного виноградного сока. Промежуточную прецизионность (IP) выражали как стандартное отклонение (SIP), рассчитанное на основании результатов 15 измерений одного и того же образца красного виноградного сока, проведенных в разные дни. Полученные значения представлены в табл. 1.

Таблица 1. Характеристики метода

Диапазон линейности, мг-экв/л	Коэффициент корреляции (r^2)	Повторяемость, стандартное отклонение (Sr), мг-экв/л	Промежуточная прецизионность, стандартное отклонение (SIP), мг-экв/л	
12,6 – 145,7	0,9994	0,8	2,1	

Сертификат соответствия Кишинёв, 20 июня 2025
Генеральный директор OIV
Секретарь Генеральной Ассамблеи
Джон БАРКЕР

© OIV 2025

9. Список литературы

1. OIV, Compendium of International Methods of Analysis of Wines and Musts. Method OIV-MA-F1-05 (for concentrated grape juice). (OIV, Сборник международных методов анализа и оценки вин и сусел. Метод OIV-MA-F1-05 (для концентрированного виноградного сока)).
2. OIV, Compendium of International Methods of Analysis of Wines and Musts. Method OIV-MA-AS313-01 (for grape juice, reconstituted grape juice, and nectar). (OIV, Сборник международных методов анализа и оценки вин и сусел. Метод OIV-MA-AS313-01 (для виноградного сока, восстановленного виноградного сока и виноградного нектара)).
3. BS EN ISO 3696, Water for Analytical Laboratory Use — Specification and Test Methods, 1995. (Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний, 1995).

Сертификат соответствия Кишинёв, 20 июня 2025
Генеральный директор OIV
Секретарь Генеральной Ассамблеи
Джон БАРКЕР

© OIV 2025