

## 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 суслы) OIV-MA-F1-05 (Общие титруемые кислоты) из Сборника международных методов анализа и оценки вин и сусл,

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 сусл,

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.

## 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,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , номер CAS 7778-77-0.

4.1.2. Гидроксид натрия,  $\text{NaOH}$ , 1 М раствор, номер CAS 1310-73-2.

4.1.3. Гидрофталат калия,  $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$ , номер CAS 877-24-7.

4.1.4. Бромтимоловый синий,  $\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{O}_5\text{S}$ , номер CAS 76-59-5.

4.1.5. Нейтральный этанол, 96 % об.,  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ , 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 М 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

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 М раствор гидроксида *натрия* (1 л):

1 М 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 М 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

## 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 разрежение 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

гидроксида натрия 4.2.3 до изменения окраски на сине-зеленую. Затем добавить 5 мл буферного раствора с рН 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:

$$A = (500 \times n) / P, \text{ где:}$$

$P$  — 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:

$$A = 10 n, \text{ где:}$$

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

Результаты выражаются с точностью до одного знака после запятой.

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

$A' = 0,075 \times A$ , 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:

$A' = 0,049 \times A$ , 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 ( $S_r$ ), 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 ( $S_r$ ), мг-экв/л	Промежуточная прецизионность, стандартное отклонение (SIP), мг-экв/л	
12,6 – 145,7	0,9994	0,8	2,1	

## 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).