

**RISOLUZIONE OIV-OENO 661-2021**

ATTENZIONE: questa risoluzione integra i seguenti metodi e risoluzioni:

OIV-MA-AS323-04A1

OIV-MA-AS323-04A2

OIV-OENO 591A-2018

OIV-OENO 591B-2018

Studio collaborativo

Validazione del metodo per il dosaggio del diossido di zolfo libero

– Aggiornamento del metodo OIV- MA-AS323-04A1

Aggiornamento della validazione del metodo per il dosaggio del diossido di zolfo totale –

Aggiornamento del metodo OIV-MA-AS323-04A2

L'ASSEMBLEA GENERALE,

VISTO l'articolo 2, paragrafo 2 b) iv dell'Accordo del 3 aprile 2001 che istituisce l'Organizzazione internazionale della vigna e del vino,

SU PROPOSTA della Sottocommissione "Metodi di analisi",

CONSIDERATI i due progetti di risoluzione già adottati nel 2018, riguardanti l'aggiornamento del metodo per la determinazione del diossido di zolfo, facendo una distinzione tra il metodo per la determinazione del diossido di zolfo libero, metodo di Tipo IV (risoluzione OIV-OENO 591A-2018) e il metodo per la determinazione del diossido di zolfo totale, metodo di Tipo II (risoluzione OIV-OENO 591B-2018),

CONSIDERATA la necessità di validare il metodo per il dosaggio del diossido di zolfo libero – Aggiornamento del metodo OIV-MA-AS323-04A1, nonché la necessità di aggiornare la validazione del metodo per il dosaggio del diossido di zolfo totale – Aggiornamento del metodo OIV-MA-AS323-04A2,

DECIDE di completare i metodi OIV-MA-AS323-04A1 – Diossido di zolfo libero e OIV-MA-AS323-04A2 – Diossido di zolfo totale della *Raccolta dei metodi internazionali d'analisi dei vini e dei mosti* con lo studio collaborativo seguente:

Esemplare certificato conforme, Parigi, riunione ibrida del 12 luglio 2021

Il direttore generale dell'OIV

Segretario dell'Assemblea generale

Pau ROCA



Studio collaborativo
Validazione del metodo per il dosaggio del diossido di zolfo libero
– Aggiornamento del metodo OIV-MA-AS323-04A1
Aggiornamento della validazione del metodo per il dosaggio del diossido di zolfo totale
– Aggiornamento del metodo OIV-MA-AS323-04A2

1. Campo d'applicazione

Studio collaborativo internazionale secondo la risoluzione OIV-OENO 6-2000, per la validazione degli aggiornamenti dei metodi OIV-MA-AS323-04A per il dosaggio del diossido di zolfo libero e totale, secondo la decisione della Sottocommissione “Metodi di analisi” dell'OIV di aprile 2018.

2. Riferimenti normativi

- Aggiornamento (progetto) dei metodi OIV-MA-AS323-04A,
- norma ISO 5725,
- risoluzione OIV-OENO 6-2000.

3. Protocollo

Sono stati prelevati 20 campioni da volumi omogenei di 10 vini provenienti da diverse regioni viticole di Francia e Portogallo. Ogni campione è stato presentato due volte, in forma anonima, secondo il principio del doppio cieco.

I campioni sono stati preparati tra il 18 e il 20 giugno 2018 e spediti prontamente ai laboratori partecipanti.

N. campione	N. anonimizzazione (doppio cieco)	Natura del campione
A	1-14	Vino bianco secco
B	2-16	Vino bianco secco
C	3-19	Vino rosato secco
D	4-12	Vino rosato secco
E	5-20	Vino rosso secco
F	6-18	Vino rosso secco
G	7-11	Vino rosso secco
H	8-15	Vino liquoroso bianco
I	9-17	Vino liquoroso rosso
J	10-13	Vino liquoroso rosso

Le analisi sono state condotte simultaneamente tra il 16 e il 20 luglio 2018 da parte di tutti i laboratori partecipanti. Tutti i laboratori hanno provveduto a conservare i campioni in armadietti refrigerati tra la data di ricezione e la data di analisi, secondo il protocollo trasmesso.

Esemplare certificato conforme, Parigi, riunione ibrida del 12 luglio 2021
Il direttore generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea generale

Pau ROCA



I seguenti laboratori hanno trasmesso i rispettivi risultati:

Laboratorio	Città	Paese
Estación de Viticultura e Enología de Galicia	Leiro (Ourense)	Spagna
Laboratorio arbitral agroalimentario	Madrid	Spagna
ASAE	Lisbona	Portogallo
SCL Montpellier	Montpellier cedex 5	Francia
HBLA und BA für Wein- und Obstbau	Klosterneuburg	Austria
Laboratorio de Salud Pública	Madrid	Spagna
Laboratorio Agroambiental de Zaragoza	Saragozza	Spagna
Laboratoire SCL Bordeaux	Pessac decex - CS 98080	Francia
Unione Italiana Vini Servizi	Verona	Italia
Laboratorio Agroalimentario de Valencia	Burjassot (Valencia)	Spagna
Agroscope	Nyon	Svizzera
Laboratoires Dubernet	Montredon des Corbières	Francia
Laboratoire Dioenos Rhône	Orange	Francia
Laboratoire Natoli	Saint Clément de Rivière	Francia

NOTA: Al fine di preservare l'anonimato dei risultati, l'ordine in cui i laboratori figurano in questa tabella non corrisponde a quello adoperato per le tabelle seguenti.

Esemplare certificato conforme, Parigi, riunione ibrida del 12 luglio 2021
Il direttore generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea generale

Pau ROCA

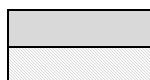


4. Diossido di zolfo libero

4.1. Dati SO₂ libera

SO ₂ libera (mg/L)	A		B		C		D		E		F		G		H		I		J	
Campione	1	14	2	16	3	19	4	12	5	20	6	18	7	11	8	15	9	17	10	13
Lab. 3			31	36	18	18	21	23	20	18	6	6	20	17	5	6				
Lab. 5			37	35	21	24	24	25	20	20	8	7	20	20	3	4				
Lab. 6	4	1	38	33	21	20	20	26	19	20	7	6	21	19	7	8	1	3	1	1
Lab. 7	1	1	37	40	20	22	24	26	20	22	9	8	20	23	8	8	2	1	1	1
Lab. 8			31	32	18	19	23	22	22	20	6	7	19	20	5	3	1	1		
Lab. 9			35	34	23	19	25	24	21	24			17	17						
Lab. 10	2	1	35	34	20	21	24	24	22	21	9	8	21	20	7	7	2	2	1	1
Lab. 11	0	0	33	30	17	11	22	16	16	21	6	4	15	19	6	3	1	1	0	0
Lab. 15			15	19	15	13	18	20	8	16	6	5	8	15	5	5				
Lab. 17	0	0	37	38	24	26	28	28	26	23	8	8	24	22	7	7	1	2	0	0
Lab. 18	0	4	33	31	21	11	23	27	15	19	6	4	9	20	3	4	1	1	0	0
Lab. 20	0	0	32	32	20	19	21	21	29	21	8	8	20	18	12	4	1	1	0	0
Lab. 21	2	1	33	38	19	15	25	22	19	21	6	6	19	20	8	7	2	1	0	0

I risultati non forniti sono stati resi non quantificabili (< limite di quantificazione).



Risultato eliminato dal test COCHRAN al 5%.

Risultato eliminato dal test GRUBBS al 5%.



4.1. Risultati SO₂ libera

SO ₂ libera (mg/L)	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
N. laboratori presi in considerazione	7	9	11	10	10	12	11	11	9	8
N. ripetizioni	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Min	0	31,5	14	19	17	5	17	3,5	1	0
Max	2,5	38,5	25	28	24,5	8,5	23	8	2	1
Media	0,9	34,2	19,8	23,4	20,6	6,8	19,6	5,7	1,4	0,4
Scarto tipo	0,98	2,67	2,91	2,46	2,04	1,31	1,77	1,72	0,42	0,52
Varianza di ripetibilità	0,79	1,67	2,59	1,20	2,60	0,58	2,23	0,82	0,39	0,00
Scarto tipo inter-laboratorio	0,98	2,67	2,91	2,46	2,04	1,31	1,77	1,72	0,42	0,52
Varianza di riproducibilità	1,35	7,97	9,76	6,64	5,46	2,00	4,25	3,38	0,37	0,27
Scarto tipo di ripetibilità	0,89	1,29	1,61	1,10	1,61	0,76	1,49	0,90	0,62	0,00
Limite r	2,48	3,61	4,51	3,07	4,51	2,14	4,18	2,53	1,75	0,00
CV% di ripetibilità (k=2)	191	8	16	9	16	23	15	32	90	0
Scarto tipo di riproducibilità	1,16	2,82	3,12	2,58	2,34	1,41	2,06	1,84	0,61	0,52
Limite R	3,25	7,90	8,75	7,22	6,54	3,96	5,78	5,15	1,70	1,45
CV% di riproducibilità (k=2)	250	16	32	22	23	42	21	64	87	276
Horwitz PRSDR%	16,18	9,40	10,21	9,95	10,15	12,00	10,22	12,30	15,23	18,55
S _R Horwitz	0,15	3,22	2,02	2,33	2,09	0,81	2,00	0,70	0,21	0,07
R Horwitz	0,42	9,10	5,71	6,59	5,91	2,29	5,67	1,99	0,60	0,20
HorRat	7,64	0,87	1,53	1,10	1,11	1,73	1,02	2,58	2,84	7,37

Esemplare certificato conforme, Parigi, riunione ibrida del 12 luglio 2021
Il direttore generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea generale

Pau ROCA

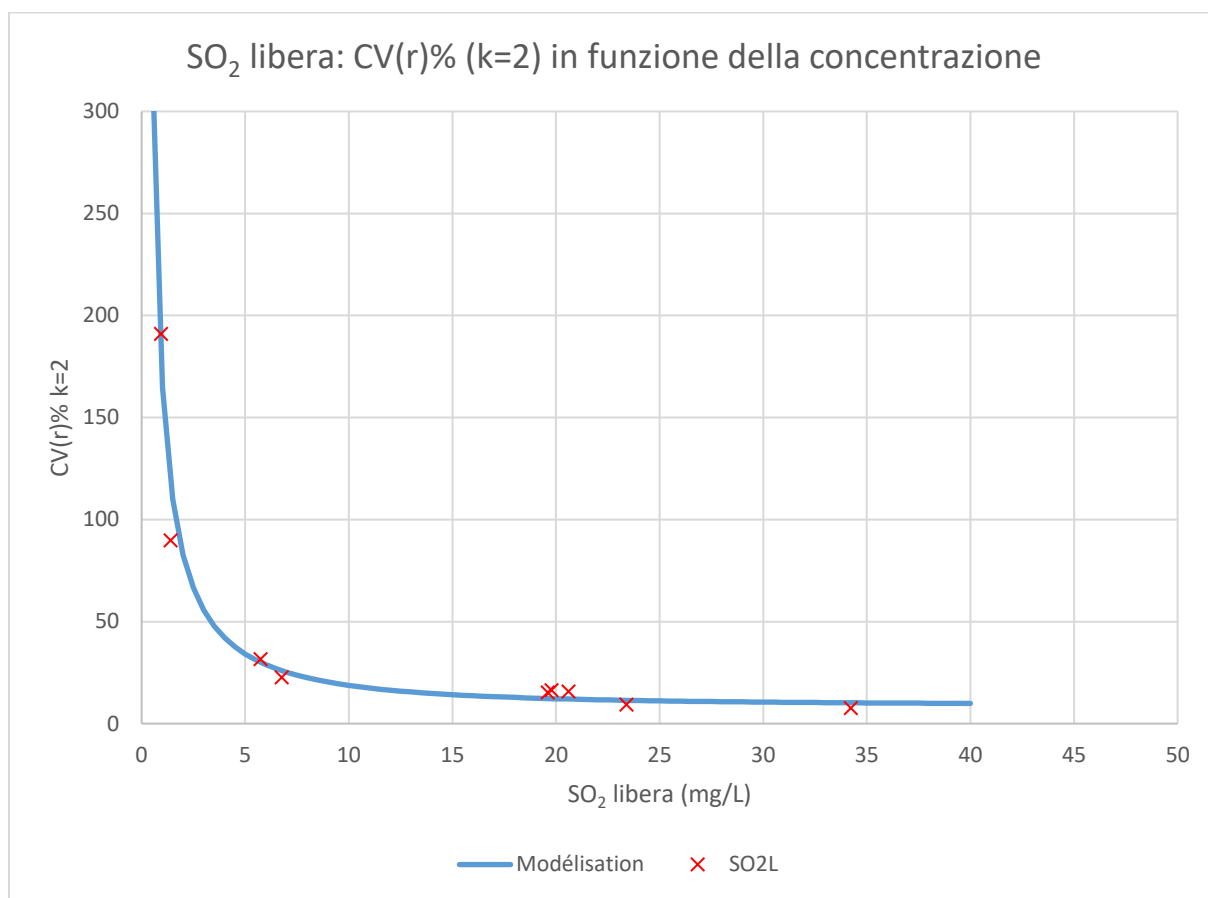


Figura 1: Modellizzazione del coefficiente di variazione della ripetibilità CV(r)% (k=2) in funzione della concentrazione C

$$CV(r)\% = \sqrt{\frac{164,55^2}{C^2} + 9^2}$$

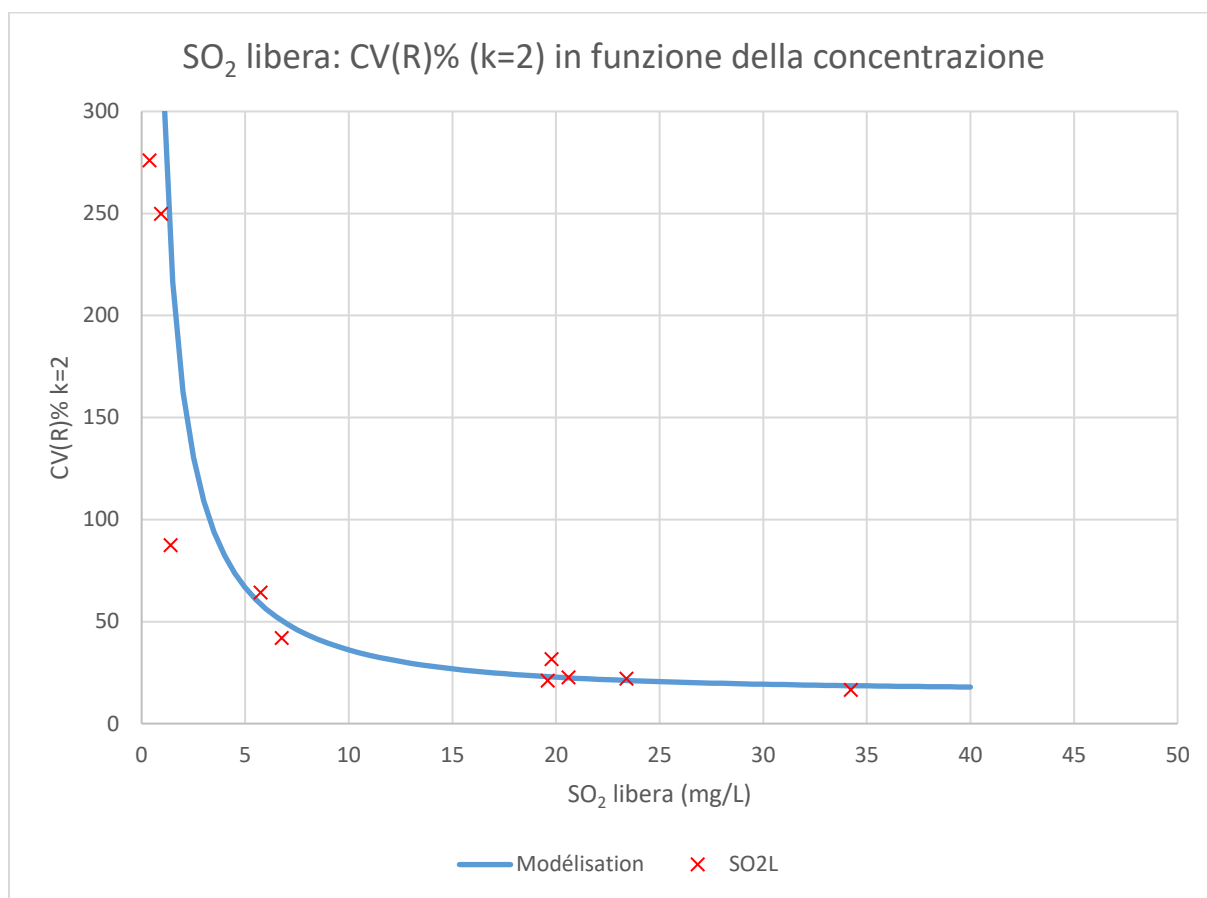


Figura 2: Modellizzazione del coefficiente di variazione della riproducibilità inter-laboratorio CV_R% (k=2) in funzione della concentrazione C

$$CV(R)\% = \sqrt{\frac{323,6^2}{C^2} + 16^2}$$

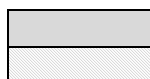


5. Diossido di zolfo totale

5.1. Dati SO₂ totale

SO ₂ totale (mg/L)	A		B		C		D		E		F		G		H		I		J	
Campione	1	14	2	16	3	19	4	12	5	20	6	18	7	11	8	15	9	17	10	13
Lab. 3			128	127	72	73	128	131	61	59	28	28	57	56	102	102	47	45		
Lab. 5			122	121	68	71	112	114	42	53	22	22	51	42	102	101	35	34		
Lab. 6		1	128	131	72	72	126	131	53	54	22	20	42	49	98	99	31	34	3	1
Lab. 7	3	3	131	131	70	74	130	131	54	59	26	23	46	48	106	101	37	40	1	1
Lab. 8	2	1	125	127	72	72	129	128	58	57	22	23	46	45	97	99	42	39	1	1
Lab. 9			120	128	77	75	132	108	71	59	21	25	44	47	110	99	38	48		
Lab. 10	2	2	130	130	74	76	130	130	61	61	28	32	55	56	103	104	43	44	3	4
Lab. 11	4	3	119	125	71	74	118	118	39	40	18	21	45	41	89	94	26	38	2	2
Lab. 14	3	3	129	128	72	72	127	129	58	58	32	29	50	49	102	101	42	41	3	4
Lab. 15			134	136	76	78	134	136	60	58	39	27	52	61	110	106	51	50		
Lab. 17	3	3	134	132	82	76	136	133	59	50	24	23	46	44	107	105	35	38	0	0
Lab. 18	5	3	130	129	78	73	133	133	62	59	29	32	58	52	105	105	50	48	2	2
Lab. 20	1	1	128	131	72	74	130	130	58	56	26	28	48	45	98	93	41	43	0	0
Lab. 21		0	124	125	69	72	124	126	45	51	19	20	42	42	97	97	35	34	0	1

I risultati non forniti sono stati resi non quantificabili (< limite di quantificazione).



Risultato eliminato dal test COCHRAN al 5%.

Risultato eliminato dal test GRUBBS al 5%.



5.2. Risultati SO₂ totale

SO ₂ totale (mg/L)	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
N. laboratori presi in considerazione	7	12	13	13	8	13	10	13	12	9
N. ripetizioni	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Min	1	121,5	69,5	113	53,5	19,5	42	91,5	32,5	0
Max	3,5	135	77	135	61	30,5	56,5	108	50,5	3,5
Media	2,4	128,8	73,0	128,0	58,3	24,7	47,6	100,9	40,8	1,5
Scarto tipo	0,93	3,63	2,20	6,24	2,42	4,04	4,89	4,61	5,80	1,35
Varianza di ripetibilità	0,14	1,46	3,27	2,35	1,44	3,04	2,30	3,96	2,21	0,17
Scarto tipo inter-laboratorio	0,93	3,63	2,20	6,24	2,42	4,04	4,89	4,61	5,80	1,35
Varianza di riproducibilità	0,94	13,93	6,49	40,11	6,57	17,84	25,03	23,28	34,72	1,90
Scarto tipo di ripetibilità	0,38	1,21	1,81	1,53	1,20	1,74	1,52	1,99	1,49	0,41
Limite r	1,1	3,4	5,1	4,3	3,4	4,9	4,2	5,6	4,2	1,1
CV% di ripetibilità (k=2)	31	2	5	2	4	14	6	4	7	54
Scarto tipo di riproducibilità	0,97	3,73	2,55	6,33	2,56	4,22	5,00	4,82	5,89	1,38
Limite R	2,7	10,5	7,1	17,7	7,2	11,8	14,0	13,5	16,5	3,9
CV% di riproducibilità (k=2)	80	6	7	10	9	34	21	10	29	184
Horwitz PRSDR%	14,00	7,70	8,39	7,71	8,68	9,87	8,95	7,99	9,16	15,05
S _R Horwitz	0,34	9,92	6,13	9,86	5,06	2,44	4,26	8,06	3,73	0,23
R Horwitz	0,96	28,05	17,33	27,90	14,31	6,91	12,04	22,80	10,56	0,64
HorRat	2,82	0,37	0,41	0,64	0,50	1,71	1,16	0,59	1,56	6,04

Esemplare certificato conforme, Parigi, riunione ibrida del 12 luglio 2021
Il direttore generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea generale

Pau ROCA

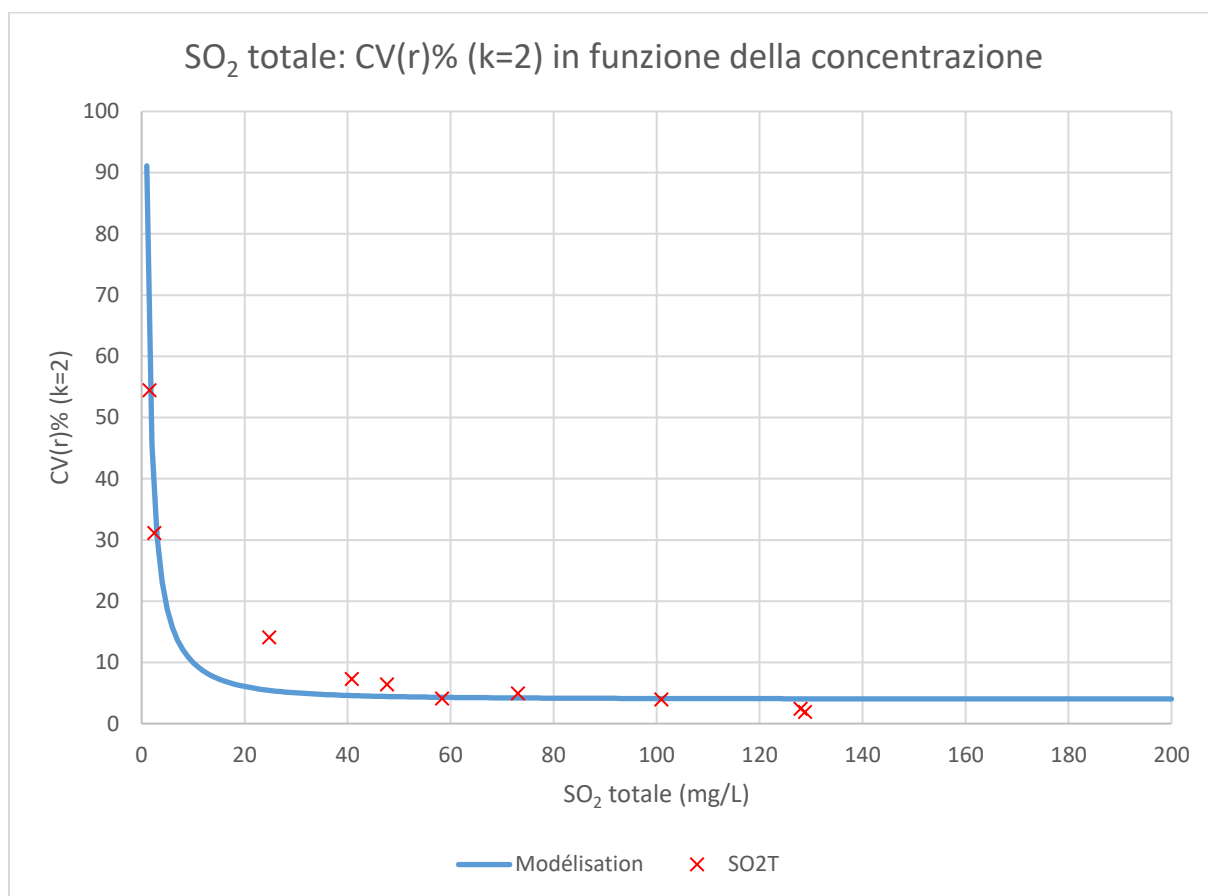


Figura 3: Modellizzazione del coefficiente di variazione della ripetibilità CV(r)% (k=2) in funzione della concentrazione C

$$CV(r)\% = \sqrt{\frac{91^2}{C^2} + 4^2}$$

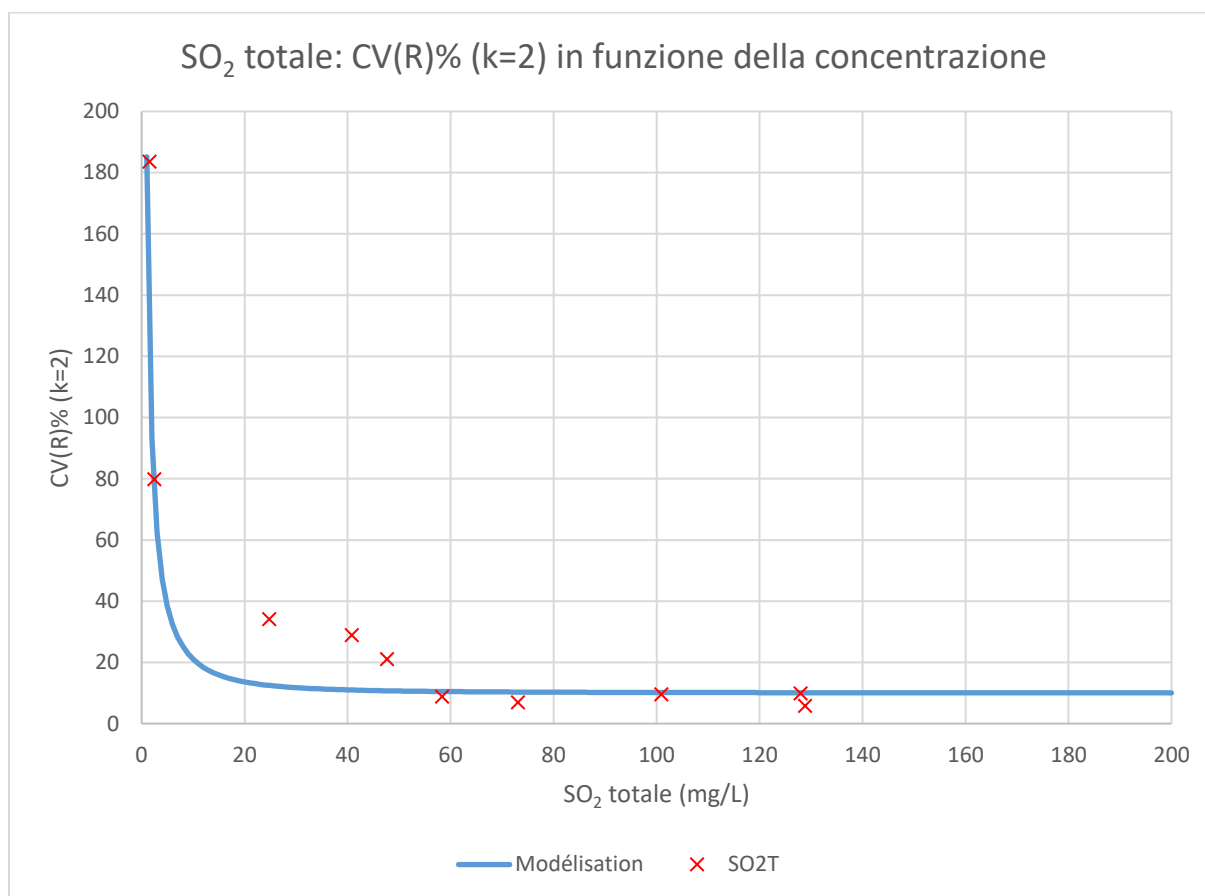


Figura 4: Modellizzazione del coefficiente di variazione della riproducibilità inter-laboratorio CV_R% (k=2) in funzione della concentrazione C

$$CV(R)\% = \sqrt{\frac{184,9^2}{C^2} + 10^2}$$