



UNIMORE

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI
MODENA E REGGIO EMILIA

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI MODENA E REGGIO EMILIA

Dipartimento di Scienze della Vita

Corso di Laurea Magistrale in Controllo e Sicurezza degli Alimenti

Classe LM-70

Titolo della tesi

**Metodologie di Analisi per il Controllo e la Tracciabilità dei Prodotti
viticicoli**

Relatore

Prof. Andrea Pulvirenti

Laureanda

Aurora Corallo

Co-Relatori

Dott.ssa Elena Chiappara

Dott.ssa Grazia Laura Gambino

Matricola n. 195452

Anno Accademico 2025/2026

INDICE

Riassunto.....	1
Abstract	3
Introduzione	4
1. L'ICQRF: RUOLO, COMPETENZE E STRUTTURA.....	6
1.1 Accreditamento dei laboratori ICQRF	18
1.2 I prodotti vitivinicoli: quadro normativo	19
1.3 Vini dealcolati.....	23
1.4 Produzione e commercializzazione dei prodotti vitivinicoli	27
1.4.1 Produzione vitivinicola	30
1.4.2 Immissione in commercio ed etichettatura	31
1.5 Attività dell'ICQRF nel settore vitivinicolo	39
1.6 Scopo della tesi	44
2. L'ICQRF: ATTIVITÀ ANALITICA.....	44
2.1 Fasi dell'attività di laboratorio	46
2.1.1 Accettazione del campione	46
2.1.2 Fasi del protocollo analitico	48
2.1.3 Matrici vitivinicole analizzate	48
2.2 Metodi di analisi	49
2.2.1 Metodi di analisi applicate al settore vitivinicolo.....	50
2.2.1.1 Titolo Alcolometrico Volumico (TAV)	51
2.2.1.2 Estratto secco totale	54
2.2.1.3 Acidità volatile	58
2.2.1.4 Acidità totale.....	60

2.2.1.5 Anidride solforosa	61
2.2.1.6 Metanolo	64
2.2.1.7 Rapporto isotopico $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ dell'acqua	66
2.2.1.8 Rapporto isotopico $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ dell'etanolo	71
2.2.1.9 Rapporto isotopico D/H dell'etanolo.....	75
2.2.2 Metodi di screening	80
2.3 Validazione dati	84
2.4 Valutazione conformità	86
2.5 Redazione rapporto di prova	90
2.6 Violazione e sanzioni	91
3. CASI REALI	91
3.1 Introduzione	91
3.2 Casi reali: analisi di routine	93
3.2.1 Presentazione generale dei risultati delle analisi di routine	93
3.2.2 Campione di vino rosso: valutazione della conformità	104
3.2.3 Campione IGP rosso Terre Siciliane: valutazione della conformità	106
3.2.4 Campione DOCG Cerasuolo di Vittoria: valutazione della conformità.....	108
3.2.5 Confronto tecnologico e compositivo dei campioni esaminati	110
3.3 Casi reali: analisi isotopiche	111
3.3.1 Risultati delle determinazioni isotopiche	111
3.3.2 Interpretazione dei parametri isotopici	113
3.3.3 Valutazione della conformità.....	115
4. CONCLUSIONI	116
5. BIBLIOGRAFIA	118

Riassunto

Nel settore vitivinicolo, i controlli ufficiali rivestono un ruolo fondamentale per la tutela del consumatore e per il contrasto alle pratiche fraudolente. In tale contesto, le metodologie analitiche ufficiali consentono di valutare la conformità dei prodotti vitivinicoli mediante analisi chimico-fisiche di routine, impiegate per lo screening preliminare del campione, e successive metodologie avanzate utilizzate per approfondire eventuali non conformità riscontrate.

Il presente lavoro di tesi è stato svolto nell'ambito dell'attività di tirocinio curriculare presso il laboratorio dell'Ispettorato Centrale della tutela della Qualità e Repressione Frodi (ICQRF) di Catania, sito in Via Alessandro Volta 19, mediante una convenzione stipulata tra il laboratorio ICQRF di Catania e l'Università di Modena e Reggio Emilia (UNIMORE). L'attività di tirocinio, svolta a partire dal mese di settembre 2025 e terminata nel mese di gennaio 2026, ha riguardato lo studio e l'applicazione delle principali metodologie analitiche, impiegate nei controlli ufficiali per la valutazione della conformità alla legislazione dei prodotti vitivinicoli.

La presente tesi ha l'obiettivo di fornire un'analisi del sistema dei controlli ufficiali svolti dall'ICQRF nel comparto vitivinicolo e di descrivere l'applicazione dei metodi analitici ufficiali, tramite lo studio sperimentale di un campione vitivinicolo, analizzato presso il laboratorio ICQRF di Catania. Le non conformità, correlate alle specifiche disposizioni normative violate, al fine di evidenziare il ruolo delle analisi ufficiali nel supportare le attività di controllo e repressione delle frodi nel settore vitivinicolo.

Particolare attenzione è stata dedicata alle analisi isotopiche del carbonio ($\delta^{13}\text{C}$), dell'ossigeno ($\delta^{18}\text{O}$) e dell'idrogeno ($\delta^2\text{H}$), impiegate per la verifica dell'autenticità del prodotto, dell'origine geografica e dell'eventuale presenza di pratiche fraudolente quali annacquamento o aggiunta di zuccheri esogeni.

I risultati ottenuti hanno consentito la verifica dell'autenticità del prodotto e della coerenza dei rapporti isotopici, rispetto ai valori di riferimento presenti nelle banche dati ufficiali.

Il presente lavoro di tesi è stato sviluppato attraverso una prima parte dedicata all'inquadramento normativo e istituzionale dei controlli ufficiali nel settore vitivinicolo, con particolare riferimento alle attività svolte dall'ICQRF e alla legislazione relativa ai prodotti vitivinicoli. Successivamente, sono stati approfonditi i materiali e le metodologie analitiche ufficiali impiegate durante l'attività sperimentale, descrivendo sia le principali determinazioni chimico-fisiche di routine sia le metodiche isotopiche avanzate applicate ai controlli ufficiali. La parte sperimentale ha riguardato lo studio analitico di un campione vitivinicolo mediante applicazione dei metodi ufficiali impiegati durante il tirocinio.

Abstract

This thesis work was carried out during the curricular internship conducted at the laboratory of the Ispettorato Centrale della tutela della Qualità e Repressione Frodi (ICQRF) in Catania, in collaboration with the University of Modena and Reggio Emilia (UNIMORE). The internship activities focused on the study and application of the main official analytical methodologies used in official controls for the assessment of compliance of wine products with current wine regulations.

In the wine sector, official controls play a fundamental role in consumer protection and in the prevention of fraudulent practices. In this context, official analytical methods allow the evaluation of wine product conformity through routine physicochemical analyses used for preliminary screening and advanced analytical methodologies employed to further investigate possible anomalies.

The aim of this thesis was to analyse the system of official controls carried out by the ICQRF in the wine sector and to describe the application of official analytical methods through the experimental study of a wine sample analysed at the ICQRF laboratory of Catania. The analytical results obtained were subsequently correlated with the relevant regulatory provisions in order to highlight the role of official analyses in supporting fraud prevention and control activities in the wine sector.

Particular attention was devoted to isotopic analyses of carbon ($\delta^{13}\text{C}$), oxygen ($\delta^{18}\text{O}$) and hydrogen ($\delta^2\text{H}$). These methodologies were applied to verify product authenticity, geographical origin and the possible presence of fraudulent practices such as water addition and exogenous sugar addition. Isotopic analyses represent advanced tools used in official controls and allow further investigation of anomalies previously identified during preliminary analytical screening.

The results obtained confirmed the important role of isotopic methodologies as advanced support tools in official controls of wine products, allowing a more detailed verification of product authenticity and geographical origin through comparison of isotopic ratios with the reference values reported in official isotopic databases.

Introduzione

La crescente domanda di prodotti agroalimentari italiani sui mercati internazionali ha comportato un aumento dei rischi connessi a pratiche fraudolente, contraffazioni e non conformità qualitative. La valorizzazione e la tutela delle produzioni italiane sono strettamente legate all'esistenza di un sistema di controllo strutturato ed efficace, in grado di garantire la sicurezza dei consumatori e, al contempo, di salvaguardare la competitività delle imprese che operano nel rispetto delle normative vigenti. [1]

I controlli ufficiali si applicano lungo l'intera filiera agroalimentare, dal campo alla tavola. A livello operativo, le autorità competenti collaborano con organismi internazionali, autorità doganali e piattaforme di e-commerce per contrastare fenomeni di frode e contraffazione. Ogni anno vengono sequestrate ingenti quantità di prodotti non conformi, spesso caratterizzati da etichettatura ingannevole, con conseguenze rilevanti sia per i consumatori sia per i produttori, che operano nel rispetto delle regole. [2]

L'Ispettorato Centrale della tutela della Qualità e Repressione Frodi dei prodotti agroalimentari (ICQRF) rappresenta una delle principali autorità competenti nell'ambito del sistema dei controlli ufficiali. Le attività dell'Ispettorato si collocano nel sistema agroalimentare italiano riconosciuto a livello internazionale per l'elevato numero di prodotti a denominazione di origine protetta (DOP) e indicazione geografica protetta (IGP). Tali produzioni esprimono un forte legame con il territorio, la tradizione e la cultura locale, e costituiscono un elemento distintivo del patrimonio agroalimentare nazionale.

Secondo le rilevazioni statistiche nazionali, nel 2024 la produzione vitivinicola italiana si è attestata in un intervallo compreso tra 43,9 e 48 milioni di ettolitri, in una superficie vitata pari a circa 728.000 ettari. A livello europeo e mondiale, tali volumi collocano stabilmente l'Italia tra i principali paesi produttori di vino, evidenziando la forte specializzazione del Paese nel comparto vitivinicolo e il peso economico della filiera.

I dati ISTAT relativi al 2024 indicano che le esportazioni italiane di vino hanno raggiunto un valore di circa 8,1 miliardi di euro, con volumi esportati pari a oltre 21 milioni di ettolitri. Nel quadro dell'export agroalimentare complessivo, il vino si configura pertanto come uno dei comparti a maggiore valore aggiunto e visibilità internazionale. Con uno sguardo al 2025, i dati attualmente disponibili dimostrano risultati parziali con un rallentamento dell'export in alcuni periodi e mercati a fronte di una popolazione che si mantiene su livelli elevati. Tali evidenze, tuttavia, hanno al momento carattere preliminare e non risultano pienamente

confrontabili con i dati ufficiali annuali 2024. Per questo motivo, l'anno 2024 rappresenta il riferimento statistico più affidabile. [1]

Il sistema dei controlli ufficiali, così come definito e disciplinato dal Regolamento (UE) 2017/625, è finalizzato a garantire la sicurezza alimentare dei prodotti agroalimentari immessi in commercio e a prevenire e contrastare le frodi commerciali, tutelando la correttezza del mercato e il valore del sistema produttivo nazionale. [3]

Il regolamento trova attuazione in Italia nel D.lgs. n. 27/2021, che, all'art. 2, individua nel Ministero dell'agricoltura, della sovranità alimentare e delle foreste e dell'Ispettorato Centrale della tutela della Qualità e Repressione Frodi (ICQRF) le autorità competenti ai fini del controllo ufficiale.

1. L'ICQRF: RUOLO, COMPETENZE E STRUTTURA

L'ICQRF, autorità di controllo ufficiale con competenze specifiche nella tutela della qualità e nella repressione delle frodi nel settore agroalimentare, opera lungo l'intera filiera produttiva svolgendo attività di controllo, con particolare riferimento ai comparti regolamentati e a elevato rischio di non conformità, tra cui il settore vitivinicolo.

Le attività dell'ICQRF si articolano in controlli documentali, ispezioni in loco e verifiche analitiche, svolte attraverso una rete di uffici territoriali e laboratori ufficiali accreditati. Tali strutture assicurano l'applicazione uniforme della normativa nazionale e dell'Unione europea e garantiscono l'affidabilità dei risultati analitici e la tutela del consumatore finale.

L'importanza di tali attività svolte dall'ICQRF e la necessità di un sistema strutturato ed efficace di controllo risultano particolarmente evidenti alla luce di episodi di frode alimentare che hanno segnato la storia del settore agroalimentare italiano, tra cui lo scandalo del vino al metanolo negli anni Ottanta.

Tale scandalo sfociò in gravi episodi di intossicazione, che causarono numerosi decessi e casi di lesioni permanenti. Complessivamente, l'evento coinvolse 23 vittime, con il picco dei casi registrato nel marzo del 1986. Le intossicazioni furono la conseguenza dell'aggiunta fraudolenta di metanolo ai vini, al fine di aumentare artificialmente il grado alcolico. Le concentrazioni di metanolo riscontrate in alcuni prodotti risultavano comprese tra il 2% e il 10% (v/v), a fronte di limiti di legge pari allo 0,3% per i vini rossi e allo 0,2% per i vini bianchi. [4]

Dal punto di vista tossicologico, il metanolo è un alcool naturale derivante dai processi fermentativi e dalla degradazione delle pectine dell'uva; tuttavia, l'aggiunta dolosa di quantità elevate rendeva la sostanza altamente tossica per l'uomo, provocando gravi danni neurologici e visivi, fino all'esito letale. [5]



Figura 1: Prima pagina di quotidiano sullo scandalo del vino al metanolo.

Fonte: Il Giorno, “Il Barbera al veleno era tra i più ricercati”, 1986.

A seguito dello scandalo del vino al metanolo, il Governo italiano adottò provvedimenti d’urgenza volti a rafforzare la prevenzione e la repressione delle sofisticazioni alimentari. In tale contesto, il 12 aprile 1986 il Ministero della Sanità emanò l’Ordinanza n. 267900, recante misure cautelative urgenti di tutela della salute pubblica finalizzate a impedire l’immissione al consumo di vini adulterati con metanolo. Il provvedimento prevedeva il divieto di distribuzione, vendita e somministrazione dei vini prodotti o commercializzati dalle aziende sottoposte a indagine o risultate non conformi ai limiti di legge, disponendo il sequestro cautelativo dei prodotti. [6]

Lo Stato italiano avviò un processo di rafforzamento del sistema dei controlli ufficiali nel settore agroalimentare, volto a migliorare le attività di prevenzione e repressione delle frodi.



Figura 2: Analisi di campioni di vino durante lo scandalo del vino al metanolo.

Fonte: Intravino (2026).

Fu così istituito l'Ispettorato Centrale Repressione Frodi (ICRF), presso il Ministero dell'Agricoltura e delle Foreste con il Decreto-Legge 18 giugno 1986, n. 282, convertito con modificazioni nella Legge 7 agosto 1986, n. 462, con l'obiettivo di esercitare le funzioni di prevenzione e repressione delle infrazioni nella preparazione e nel commercio dei prodotti agroalimentari e delle sostanze di uso agrario e forestale. [7,8]

Nel corso degli anni, l'Ispettorato ha conosciuto una progressiva evoluzione normativa e organizzativa, prima con la denominazione di ICQ e successivamente quella di ICQRF, oggi pienamente integrato nel sistema dei controlli ufficiali dell'Unione europea.

Alla struttura sono state inoltre attribuite competenze in materia di controllo della qualità alle frontiere e di vigilanza nei settori di competenza ministeriale, inclusi i controlli sulla distribuzione commerciale non affidati ad altri organismi.

Successivamente, con il Decreto-Legge del 09 settembre 2005, numero 182 convertito nella Legge 11 novembre 2005, n. 231, venne avviato il processo di trasformazione dell'Ispettorato in struttura dipartimentale attuato con l'emanazione del D.M. 19/12/2005. Questo intervento normativo non cambiò la missione dell'Ispettorato, ma ne rafforzò la collocazione istituzionale. [9,10]

A seguito dell'approvazione della legge finanziaria per l'anno 2007, al Dipartimento vennero attribuiti nuovi compiti e si rafforzò il ruolo del controllo della qualità, affiancando in modo strutturato l'attività di prevenzione a quella di repressione delle frodi. Da qui nacque la nuova denominazione di Ispettorato centrale per il controllo della qualità dei prodotti agroalimentari (ICQ). Un cambiamento che segnò il passaggio da repressione a qualità e prevenzione, come nuova forma di controllo.

Successivamente, con il Decreto del Presidente della Repubblica 22 luglio 2009, n. 129, nell'ambito della riorganizzazione del Ministero delle Politiche Agricole Alimentari e Forestali¹, la struttura assunse l'attuale denominazione di "Dipartimento dell'Ispettorato Centrale della tutela della Qualità e della Repressione Frodi dei prodotti agroalimentari" (ICQRF). Rispetto alle autorità sanitarie, l'ICQRF contribuisce in modo specifico alla tutela del consumatore e del mercato attraverso il controllo della conformità normativa e la

¹MIPAAF: il Ministero delle Politiche Agricole Alimentari e Forestali era la denominazione vigente del Dicastero al momento dell'adozione del D.P.R. 22 luglio 2009, n. 129. La denominazione attuale del Ministero è il Ministero dell'Agricoltura, della Sovranità Alimentare e delle Foreste (MASAF), introdotta con riforma organizzativa del 2022.

repressione delle pratiche fraudolente. In tale prospettiva, l'Ispettorato opera in stretta cooperazione con le altre autorità competenti, svolgendo un ruolo centrale nella tutela del Made in Italy, nei controlli effettuati presso porti e frontiere e nelle attività di verifica post-importazione. [11]

Tali attività si inseriscono all'interno di un sistema di controlli ufficiali fondato su un assetto istituzionale multilivello, definito e regolato dalla normativa europea e nazionale vigente, che individua le autorità competenti e ne disciplina ruoli e responsabilità. Il quadro normativo costituisce un sistema integrato di leggi e regolamenti che conferisce al MASAF e ai suoi organismi tecnici come l'ICQRF, gli strumenti per garantire la qualità e la legalità dei prodotti agroalimentari italiani, in linea con gli standard europei.

A livello europeo, tale assetto trova fondamento nel Regolamento (CE) n. 178/2002, che definisce i principi generali della legislazione alimentare e i requisiti di sicurezza e tracciabilità, e nel Regolamento (UE) 2017/625, che regola l'organizzazione e l'esecuzione dei controlli ufficiali. Queste disposizioni europee sono state recepite a livello nazionale mediante il Decreto Legislativo 2 febbraio 2021, n. 27, che ha consentito di consolidare un sistema di controlli integrato e multilivello, definendone ruoli e responsabilità. [12,13]

L'ICQRF come organo di controllo ufficiale del Ministero dell'Agricoltura, della Sovranità Alimentare e delle Foreste, operante sull'intero territorio nazionale promuove il concetto di prevenzione e repressione frodi, nonché funzioni complementari e finalizzate a garantire legalità e trasparenza sul mercato. Se le attività di prevenzione mirano a ridurre il rischio di comportamenti illeciti mediante controlli programmati, la repressione interviene a seguito dell'accertamento di non conformità, attraverso l'applicazione delle misure previste dalle normative vigenti.

L'ICQRF svolge controlli ufficiali come ispezioni e analisi chimiche, operando come polizia giudiziaria e applicando eventuali sanzioni previste dalla Legge n. 689 del 1981. È la principale autorità di controllo nel settore agroalimentare in Italia, grazie alla conoscenza tecnica di chi ne fa parte e alla sua capillare distribuzione di ispettori su tutto il territorio nazionale. Le verifiche comprendono analisi documentali e prelievo di campioni per verificare la qualità merceologica dei prodotti agroalimentari e dei mezzi tecnici per l'agricoltura come mangimi, fertilizzanti, sementi e fitofarmaci. [14]

L'ICQRF svolge un ruolo fondamentale nella tutela del patrimonio agroalimentare italiano e internazionale. In tale ambito, il Regolamento (UE) 2024/1143, al considerando 6, evidenzia come: [15]

“La qualità e la varietà della produzione agricola, alimentare e di vini e bevande spiritose dell’Unione rappresentano un punto di forza e un vantaggio competitivo importante per i produttori dell’Unione e sono parte integrante del suo patrimonio culturale e gastronomico vivo. Ciò è dovuto alle competenze e alla determinazione dei produttori dell’Unione, che hanno saputo preservare le tradizioni e la varietà delle identità culturali nell’ambito del patrimonio dell’Unione, pur tenendo conto dell’evoluzione dei nuovi metodi e materiali produttivi che hanno fatto dei prodotti tradizionali dell’Unione un simbolo di qualità”.

Tale disposizione mette in luce come le produzioni agroalimentari rappresentino un elemento chiave del patrimonio culturale e gastronomico dell’Unione, valorizzando il lavoro dei produttori che hanno saputo mantenere tradizioni e identità culturali nel tempo, adattandosi al contempo ai nuovi metodi produttivi. Ne deriva una rilevante responsabilità nella salvaguardia e nello sviluppo del patrimonio culturale europeo, che precede la mera dimensione economica. L'ICQRF contribuisce a tali obiettivi anche attraverso l'utilizzo di registri telematici, che garantiscono una tracciabilità completa lungo la filiera vitivinicola e olearia.

A livello internazionale, l'ICQRF è in prima linea per la tutela delle eccellenze italiane anche nell'ambito del commercio elettronico. La stretta collaborazione tra l'ICQRF e le piattaforme di vendita online, mediante l'uso di specifici strumenti, segnala direttamente le violazioni sulle indicazioni geografiche, e facilita la rapida rimozione delle inserzioni illecite.

I principali compiti dell'ICQRF possono essere così sintetizzati:

- la prevenzione e la repressione delle frodi nel commercio dei prodotti agroalimentari e dei mezzi tecnici di produzione per l'agricoltura;
- la vigilanza sugli organi di controllo e certificazione operanti nell'ambito dei regimi di produzione agroalimentare di qualità regolamentata;
- il contrasto alle irregolarità nella commercializzazione dei prodotti agroalimentari, incluse le pratiche commerciali sleali e i comportamenti fraudolenti idonei a

- generare situazioni di concorrenza sleale tra gli operatori, rientrando tra gli ambiti disciplinati dal Decreto legislativo 8 novembre 2021, n. 198 attraverso attività di controllo e un sistema sanzionatorio.

Nell'ambito dell'ICQRF, la Direzione generale degli Uffici territoriali e dei Laboratori (DG-TERR) rappresenta la struttura responsabile dell'esecuzione operativa dei controlli ufficiali sul territorio. La dotazione organica dell' ICQRF è di 665 unità suddivise nel 46% di ispettori, 37% di amministrativi, 14% di analisti e 3% di dirigenti. L'ICQRF è articolato, a livello centrale, in tre Direzioni generali: la Direzione generale per il contrasto alle pratiche commerciali sleali e per le procedure sanzionatorie (DG-COPRAS), la Direzione generale della prevenzione e del contrasto alle frodi agroalimentari con attività di programmazione e monitoraggio, riconoscimento degli organismi di controllo e vigilanza sugli organismi di controllo e certificazione (DG-PREF) e una terza Direzione generale degli Uffici territoriali e Laboratori (DG-TERR), di nuova istituzione. Quest'ultima direzione (DG-TERR) si divide in TERR I con indirizzo e coordinamento delle attività ispettive, TERR II con indirizzo e coordinamento delle attività analitiche e una terza divisione che include 11 uffici territoriali e 5 laboratori. Le altre Direzioni generali, invece, svolgono prevalentemente funzioni di programmazione e coordinamento. [1]

Gli uffici territoriali afferenti alla DG-TERR provvedono a effettuare controlli sugli aspetti merceologici e qualitativi dei prodotti agroalimentari con il preciso scopo di tutelare il consumatore e salvaguardare la leale concorrenza tra i produttori. Gli uffici sono dislocati in 32 sedi operative su tutto il territorio nazionale e verificano la conformità dei processi produttivi, la regolare tenuta della documentazione contabile, l'esistenza e l'idoneità dei sistemi di tracciabilità adottati dagli operatori, la correttezza e la veridicità delle informazioni riportate nel sistema di etichettatura dei prodotti posti in vendita, la corrispondenza delle materie prime e dei prodotti ottenuti dalla loro lavorazione e trasformazione lungo la filiera e il rispetto degli obblighi giuridici connessi ai regimi di qualità.

Nei 32 uffici territoriali sparsi su tutto il territorio nazionale, sono compresi i 5 laboratori (accreditati secondo la norma internazionale UNI CEI EN ISO/IEC 17025) dell'Ispettorato che, ai sensi del Regolamento (UE) 625/2017, svolgono verifiche della qualità merceologica dei prodotti agroalimentari e dei mezzi tecnici per l'agricoltura quali mangimi, sementi, fertilizzanti, prodotti fitosanitari. I campioni prelevati sull'intero territorio nazionale durante le ispezioni vengono sottoposti a controlli ufficiali che consistono in verifiche analitiche sull'effettiva composizione qualitativa e quantitativa dei prodotti campionati. L'approccio analitico si fonda sull'applicazione di metodi comunitari, nazionali o metodiche riconosciute da organismi internazionali. [1]



Figura 3: Distribuzione degli uffici territoriali e dei laboratori ICQRF sul territorio nazionale.

Fonte: ICQRF, Report attività, p. 23.

L'attività ispettiva svolta dalla DG-TERR si traduce non solo in verifiche documentali e analitiche, ma anche nell'adozione di provvedimenti sanzionatori nei casi di accertata irregolarità. La distribuzione delle ordinanze di ingiunzione per settore evidenzia le aree maggiormente interessate dall'attività di repressione delle violazioni.

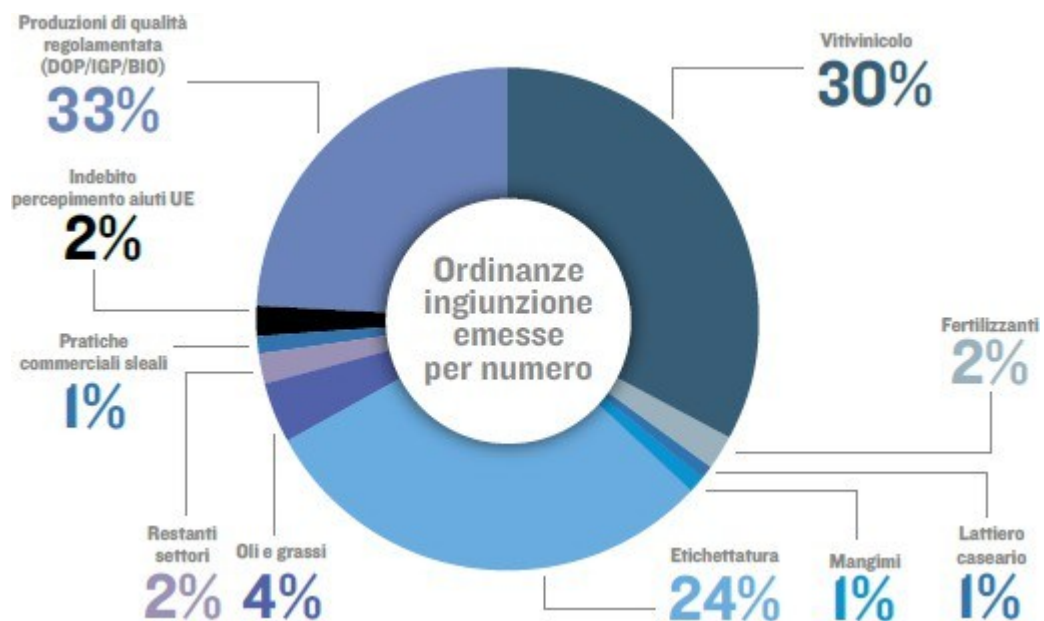


Figura 4: Percentuale delle ordinanze di ingiunzione emesse per numero.

Fonte: ICQRF, Report attività 2024, p. 23.

La Direzione Generale Territoriale (TERR) ha il compito di coordinare l'attività ispettiva degli uffici territoriali e l'attività analitica dei laboratori ICQRF. L'attività di controllo degli uffici territoriali è rivolta ai settori agroalimentari maggiormente esposti a rischio di frodi.

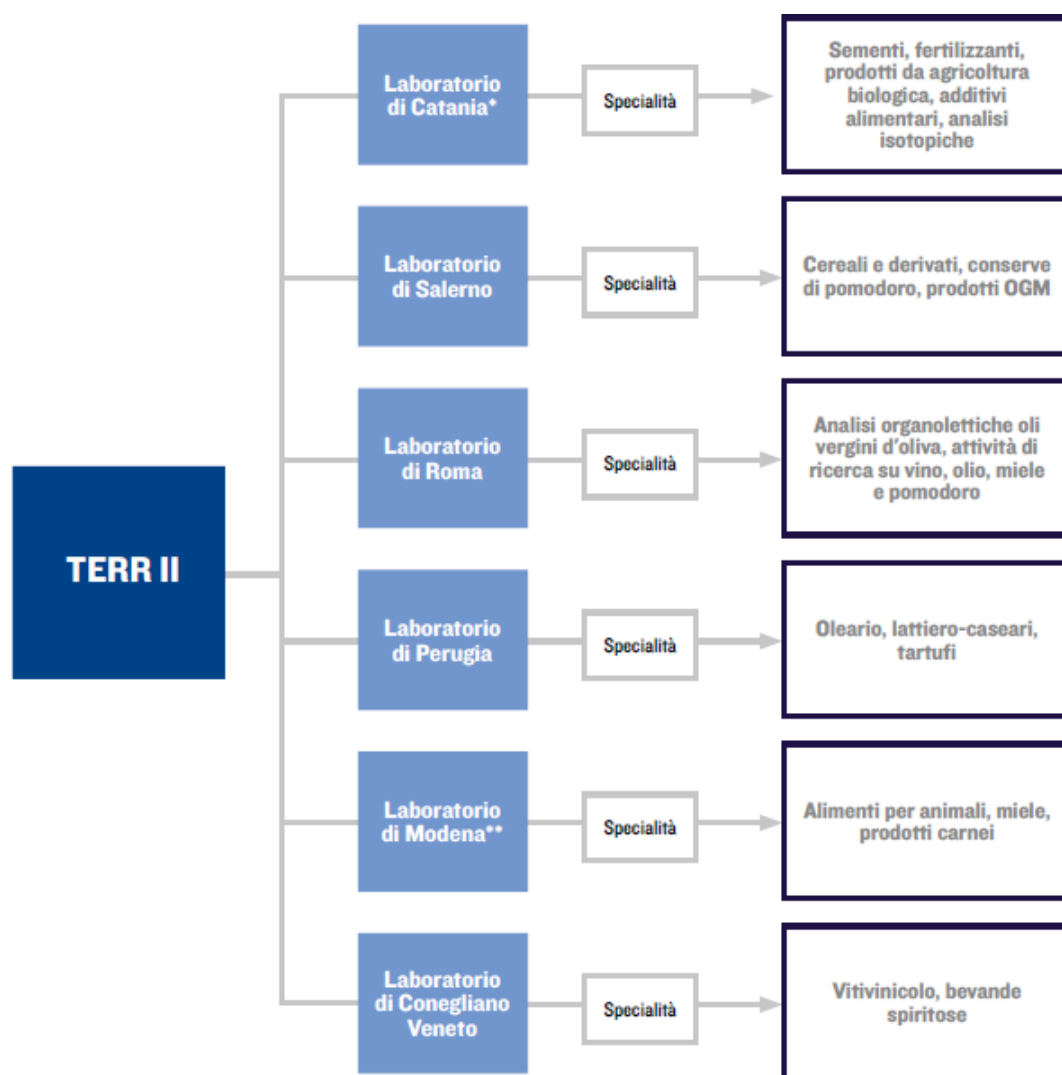


Figura 5: Settori merceologici di specialità assegnati a ciascun laboratorio.

Fonte: ICQRF, Report attività, 2024, p.59.

I settori agroalimentari su cui si concentra maggiormente l'attenzione degli ispettori e degli analisti comprendono il comparto vitivinicolo e oleario, seguiti dal settore lattiero-caseario. Particolare attenzione è rivolta ai prodotti di qualità regolamentata e completano il quadro operativo con le verifiche di tracciabilità e rintracciabilità e i controlli sulle merci in entrata e in uscita dai principali punti di frontiera.

L'attività svolta dalla Direzione Generale TERR si inserisce all'interno dell'ampio sistema di coordinamento nazionale dei controlli ufficiali, coordinato a livello centrale attraverso la Cabina di regia². La Direzione generale TERR rappresenta la struttura operativa che attua sul territorio nazionale delle linee di indirizzo e priorità di controllo stabilite all'interno della programmazione nazionale.

La realizzazione di questo sistema integrato e coordinato tra il MASAF e la Cabina di regia ha rafforzato il coordinamento e lo scambio informativo-operativo tra i diversi enti che svolgono attività di controllo nel settore agroalimentare.

Al fine di garantire un coordinamento efficace e sistematico delle attività di controllo nel settore agroalimentare, la Cabina di regia è un organismo interistituzionale si configura come un organismo interistituzionale che riunisce rappresentanti di diverse amministrazioni e corpi dello Stato, dotati di competenze complementari in materia di vigilanza, prevenzione e repressione delle irregolarità, tra cui:

- l'Ispettorato Centrale della tutela della Qualità e Repressione Frodi dei prodotti agroalimentari (ICQRF), con funzioni di coordinamento della Cabina di regia;
- il Comando Carabinieri per la Tutela Agroalimentare;
- il Comando Carabinieri per la Tutela Forestale e dei Parchi;
- il Comando Carabinieri per la Tutela della Salute (NAS);
- il Corpo delle Capitanerie di Porto – Guardia Costiera;
- il Corpo della Guardia di Finanza;
- l'Agenzia per le Erogazioni in Agricoltura (AGEA);
- l'Agenzia delle Dogane e dei Monopoli (ADM);
- il Servizio di Polizia Stradale della Polizia di Stato;
- il Corpo Nazionale dei Vigili del Fuoco.

Il coordinamento interistituzionale assicurato dalla Cabina di regia nazionale si avvale, sul piano operativo, del supporto tecnico-scientifico fornito dai laboratori ufficiali. [1]

²La Cabina di regia per i controlli nel settore agroalimentare: è un organismo di coordinamento interistituzionale istituito presso il MASAF, finalizzato ad assicurare l'integrazione e il raccordo operativo tra le autorità competenti in materia di controlli ufficiali, al fine di evitare sovrapposizioni, ottimizzare le attività ispettive e rafforzare il contrasto alle frodi agroalimentari.

Nell'ambito del sistema dei controlli ufficiali, i laboratori dell'ICQRF svolgono un ruolo centrale nel supporto tecnico-analitico alle attività di controllo. La Carta dei Servizi dei Laboratori ICQRF rappresenta il documento con cui queste strutture definiscono e formalizzano gli impegni assunti nei confronti della propria utenza istituzionale, costituita dalle amministrazioni pubbliche competenti e rappresenta uno strumento di garanzia della qualità del servizio erogato.

I singoli laboratori sono caratterizzati da ambiti specialistici di attività e i campioni sono ripartiti tenendo conto dei settori merceologici di specialità, per garantire l'efficienza nel rispetto dei tempi di analisi.

Le principali attività svolte dai laboratori comprendono:

- le analisi ufficiali sui campioni di tipo chimico, fisico e isotopico su campioni prelevati nel corso dei controlli ufficiali;
- le verifiche di conformità dei prodotti agroalimentari in relazione alle normative vigenti in materia di qualità, composizione ed etichettatura;
- l'accertamento di pratiche di adulterazione, di sofisticazioni e di pratiche fraudolenti.
- il supporto ai procedimenti sanzionatori mediante la produzione di risultati analitici con valore legale utilizzabili in ambiti amministrativi e sanzionatori;
- la redazione di rapporti di prova ufficiali, conformi ai requisiti richiesti di accreditamento;
- l'applicazione di metodi ufficiali riconosciuti a livello nazionale ed internazionale;
- validazione e applicazione di sole procedure standardizzate, atte a garantire ripetibilità, confrontabilità e tracciabilità del dato analitico;
- l'attuazione di soli sistemi di qualità e accreditamento e operano secondo un sistema di gestione della qualità conforme alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025;
- la partecipazione a circuiti di prove valutative interlaboratorio;
- il raccordo funzionale con la Direzione Generale Territoriale per la gestione dei campioni.

I laboratori ICQRF, coordinati dall'ufficio TERR II, sono impegnati anche nello svolgimento di attività di ricerca; l'ICQRF, infatti, sviluppa nuove metodiche di analisi su matrici agroalimentari in grado di evidenziare l'eventuale ricorso a pratiche produttive fraudolente o identificare nuovi parametri per la caratterizzazione qualitativa degli alimenti.

[1]

1.1 Accreditamento dei laboratori ICQRF

I laboratori dell'ICQRF così come stabilito dall'articolo 37 del Regolamento (UE) 2017/625, operano come laboratori ufficiali accreditati secondo la norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025 e assicurano competenza tecnica, imparzialità e tracciabilità del dato analitico. La norma è lo strumento tecnico mediante il quale i requisiti di affidabilità e competenza richiesti dal regolamento (UE) 2017/625 vengono garantiti e verificati mediante il sistema di accreditamento. I risultati ottenuti dall'impiego di prove accreditate si riferiscono unicamente ai campioni esaminati e sono riportati in rapporti di prova che non costituiscono atti di certificazione o approvazione del prodotto, ma rappresentano un elemento tecnico fondamentale a supporto delle attività di controllo ufficiale. [3,16]

Nel contesto del sistema nazionale di accreditamento, sulla base di apposite convenzioni con i Ministeri competenti, Accredia³ è chiamata ad accreditare prove e tarature, a tutela della salute e della sicurezza dei consumatori, in conformità alla normativa europea vigente. L'accREDITamento, in questo caso, è un servizio svolto nell'interesse pubblico e costituisce infatti una garanzia per i consumatori e per la Pubblica Amministrazione, assicurando che i risultati analitici prodotti dai laboratori accreditati siano affidabili, imparziali e tecnicamente validi.

Il mantenimento dell'accREDITamento richiede un costante monitoraggio delle prestazioni analitiche del laboratorio nel tempo, al fine di assicurare il rispetto dei requisiti di competenze tecniche previsti dalla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025. A tal fine, sono adottati strumenti di verifica esterna, quali le prove valutative interlaboratorio, quali UIV (unione italiana vini) e BIPEA⁴. La partecipazione a tali circuiti fornisce evidenze oggettive delle prestazioni dei laboratori e costituisce un riferimento per l'ente nazionale di accREDITamento durante le attività di sorveglianza periodica.

³Accredia: è l'Ente unico nazionale di accREDITamento designato dallo Stato italiano ai sensi del Regolamento (CE) n. 765/2008, competente per l'accREDITamento degli organismi di certificazione, ispezione e dei laboratori di prova e taratura.

⁴BIPEA: è un organismo internazionale che organizza prove valutative interlaboratorio, utilizzate come strumento di verifica delle prestazioni analitiche dei laboratori. I risultati ottenuti costituiscono un'evidenza oggettiva a supporto del mantenimento dell'accREDITamento ai sensi della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025, senza attribuire direttamente l'accREDITamento.

Le prove si svolgono attraverso l'analisi di campioni distribuiti secondo procedure standardizzate e tempistiche prestabilite; i risultati ottenuti dai laboratori partecipanti vengono successivamente elaborati tramite analisi statistica e permettono il confronto tra le prestazioni dei diversi laboratori coinvolti. [17]

La qualità delle prove valutative interlaboratorio organizzate da BIPEA è garantita dall'accreditamento dell'ente secondo la norma ISO/IEC 17043, rilasciato dal *Comité Français d'Accréditation* (COFRAC), che attesta la competenza tecnica dell'organizzazione nella predisposizione, gestione e valutazione dei *Proficiency Testing*. [18]

Oltre alla partecipazione a prove valutative esterne, il sistema di accreditamento dei laboratori ufficiali si fonda anche su procedure di assicurazione della qualità interna, quali il controllo di qualità (Quality Control), finalizzato a verificare la stabilità delle prestazioni analitiche e l'affidabilità dei risultati nel tempo. Le attività di controllo di qualità interno comprendono l'analisi dei campioni di riferimento, l'esecuzione di prove replicate, il monitoraggio delle condizioni strumentali e la verifica dei risultati ottenuti rispetto a criteri di accettabilità prestabiliti. L'applicazione sistematica di tali procedure consente di individuare tempestivamente eventuali anomalie e di adottare le necessarie azioni correttive. In molte metodiche strumentali, il Quality Control viene effettuato prima dell'analisi della sequenza dei campioni, per verificare la stabilità del sistema di misura e garantire l'affidabilità dei dati prodotti.

1.2 I prodotti vitivinicoli: quadro normativo

Tra i settori agroalimentari sottoposti a controllo svolte dall'ICQRF, il comparto vitivinicolo assume un ruolo di primaria importanza. La rilevanza del settore è legata non solo al valore economico e identitario delle produzioni vitivinicole italiane, ma anche alla presenza di un articolato sistema normativo multilivello che integra la disciplina dell'Unione Europea e la normativa nazionale. In relazione al focus della presente tesi, risulta pertanto necessario analizzare il quadro giuridico di riferimento che disciplina i prodotti vitivinicoli.

A livello europeo, il sistema dei controlli ufficiali nel settore vitivinicolo trova fondamento nel Regolamento (UE) n. 1308/2013, che regola l'Organizzazione Comune dei Mercati agricoli (OCM unica) e definisce le norme in materia di produzione, classificazione e commercializzazione dei prodotti vitivinicoli. Il quadro normativo è integrato da regolamenti delegati ed esecutivi che definiscono gli aspetti tecnici e operativi rilevanti ai

fini delle verifiche ufficiali. In particolare, il Regolamento (UE) 2019/934 regola le pratiche enologiche e i trattamenti ammessi, il Regolamento (UE) 2019/33 definisce le disposizioni in materia di etichettatura e presentazione dei vini DOP e IGP, mentre il Regolamento (UE) 2019/34 regola i controlli, la certificazione e la gestione dei documenti e dei registri nel settore vitivinicolo. [17,18,20,21]

Il Regolamento (UE) n. 1308/2013, e successive modifiche apportate dal Reg. (UE) 1143/2024, definisce e classifica i prodotti vitivinicoli come quelli ottenuti esclusivamente a partire da uve fresche, pigiate o non pigiate, o da mosti di uva, attraverso processi di fermentazione alcolica totale o parziale e mediante pratiche enologiche espressamente autorizzate, escludendo l'impiego di materie prime diverse dall'uva. Il regolamento definisce inoltre il regime di protezione delle denominazioni di origine protette (DOP) e delle indicazioni geografiche protette (IGP) e definisce i requisiti generali per la tutela delle produzioni vitivinicole di qualità. [15]

Nell'ordinamento italiano, tali disposizioni trovano attuazione nella Legge 12 dicembre 2016, n. 238, recante il Testo unico della vite e del vino, che rappresenta il principale riferimento normativo nazionale per il settore. La legge integra la normativa europea, declinando il sistema delle indicazioni geografiche attraverso le categorie DOCG (Denominazione di Origine Controllata e Garantita), DOC (Denominazione di Origine Controllata) e IGT (Indicazione Geografica Tipica), che costituiscono l'articolazione italiana dei regimi DOP e IGP previsti a livello unionale. La normativa nazionale regola, inoltre, gli aspetti operativi relativi alla gestione del potenziale produttivo, ai registri di cantina, alle pratiche enologiche consentite, all'etichettatura e al sistema sanzionatori. In tale contesto, l'ICQRF svolge un ruolo centrale nella vigilanza sugli organismi di controllo, nelle verifiche ispettive e nel supporto analitico ai controlli ufficiali, e assicura l'applicazione coordinata della disciplina di settore. [22]

A livello tecnico-scientifico, l'Organizzazione Internazionale della Vigna e del Vino (OIV) ha contribuito alla definizione dei principi generali relativi alla natura del vino e alle pratiche enologiche e fornisce un riferimento riconosciuto a livello internazionale. Pur non avendo valore giuridicamente vincolante nell'ordinamento dell'Unione Europea, tali principi sono ampiamente recepiti nella disciplina unionale di settore.

Il regolamento (UE) n. 1308/2013 fornisce una classificazione normativa dei prodotti vitivinicoli e distingue il vino sulla base delle caratteristiche compositive, delle modalità di produzione e delle pratiche enologiche consentite. In particolare, l'Allegato VII, Parte II del

Regolamento (UE) n. 1308/2013 individua le categorie dei prodotti vitivinicoli in funzione delle modalità di produzione, del titolo alcolometrico e, per i prodotti effervescenti, della pressione dell'anidride carbonica (CO₂). Di seguito si riporta la classificazione prevista dalla normativa unionale.[19]

- Vino – prodotto ottenuto esclusivamente dalla fermentazione alcolica totale o parziale di uve fresche o di mosti d'uva; titolo alcolometrico effettivo $\geq 8,5\%$ vol (zone A-B) o $\geq 9\%$ vol altre zone; limite totale 15% vol salvo deroghe.
- Vino nuovo ancora in fermentazione - prodotto la cui fermentazione non è conclusa e non separato dalle fecce.
- Vino liquoroso - titolo alcolometrico effettivo compreso tra 15% vol e 22% vol; ottenuto con aggiunta consentita di alcole o distillati di origine vitivinicola.
- Vino spumante - CO₂ esclusivamente di origine fermentativa; sovrappressione ≥ 3 bar (20 °C).
- Vino spumante di qualità come sottocategoria di vino spumante - CO₂ esclusivamente di origine fermentativa; sovrappressione $\geq 3,5$ bar (20 °C).
- Vino spumante di qualità del tipo aromatico (sottocategoria del vino spumante di qualità, ottenuta durante la costituzione della cuvée esclusivamente da mosti di uve o mosti parzialmente fermentati derivanti da specifiche varietà di uve da vino individuate dalla normativa unionale); presenta una sovrappressione ≥ 3 bar (a 20 °C) dovuta ad anidride carbonica di origine fermentativa, un titolo alcolometrico effettivo $\geq 6\%$ vol e un titolo alcolometrico totale $\geq 10\%$ vol.
- Vino spumante gassificato - CO₂ parzialmente o totalmente aggiunta; sovrappressione ≥ 3 bar.
- Vino frizzante - CO₂ endogena; sovrappressione compresa tra 1 e 2,5 bar.
- Vino frizzante gassificato - CO₂ aggiunta; sovrappressione compresa tra 1 e 2,5 bar.

Il Regolamento (UE) n. 1308/2013 include tra i prodotti vitivinicoli non solo il vino finito, ma anche categorie quali mosti d'uva, mosti parzialmente fermentati e mosti concentrati, che presentano specifiche definizioni giuridiche e requisiti compositivi, rilevanti ai fini della disciplina di settore e dei controlli ufficiali. [19]

- Mosto di uve - prodotto liquido ottenuto naturalmente o mediante procedimenti fisici da uve fresche; titolo alcolometrico effettivo $\leq 1\%$ vol.

- Mosto di uve parzialmente fermentato - prodotto proveniente dalla fermentazione di mosto di uve; titolo alcolometrico effettivo $> 1\%$ vol e $< 3/5$ del titolo alcolometrico volumico totale potenziale.
- Mosto da uve passite ottenuto da uve passite - prodotto derivante dalla fermentazione parziale di mosto ottenuto da uve sottoposte a disidratazione; con requisiti minimi di tenore zuccherino e titolo alcolometrico naturale previsti dalla normativa.
- Mosto di uve concentrato – mosto non caramellizzato ottenuto mediante disidratazione parziale con metodi autorizzati (escluso il fuoco diretto) e con parametri rifrattometrici minimi stabiliti dalla norma.
- Mosto concentrato rettificato (MCR) mosto concentrato sottoposto a trattamenti autorizzati di purificazione (disacidificazione ed eliminazione di componenti diversi dagli zuccheri), con caratteristiche chimico-fisiche definite dalla normativa.
- Vino ottenuto da uve appassite – vino ottenuto senza arricchimento da uve sottoposte a disidratazione parziale; titolo alcolometrico totale $\geq 16\%$ vol, naturale $\geq 16\%$ vol ed effettivo $\geq 9\%$ vol.
- Vino di uve stramature – vino ottenuto senza arricchimento da uve con elevata maturazione zuccherina; titolo alcolometrico naturale $> 15\%$ vol, totale $\geq 15\%$ vol ed effettivo $\geq 12\%$ vol.

I vini aromatizzati non rientrano tra le categorie di prodotti vitivinicoli definite nell'Allegato VII del Regolamento (UE) n. 1308/2013, ma sono disciplinati da una normativa specifica, rappresentata dal Regolamento (UE) n. 251/2014, che ne definisce le caratteristiche compositive, le modalità di produzione, le regole di presentazione, l'etichettatura e le denominazioni di vendita. Il quadro normativo di settore stabilisce parametri oggettivi per la valutazione della conformità dei prodotti vitivinicoli, garantendo la corrispondenza tra le informazioni riportate in etichetta e le effettive caratteristiche del prodotto. [19]

1.3 Vini dealcolati

Tra le più recenti innovazioni introdotte nella disciplina del settore vitivinicolo rientra la regolamentazione dei vini dealcolati e parzialmente dealcolati, legate all'evoluzione tecnologica e alle nuove esigenze del mercato. In ambito nazionale, tale disciplina ha trovato attuazione con il Decreto MASAF n. 672816 del 20 dicembre 2024, in applicazione alla normativa dell'UE introdotta dal Regolamento (UE) 2021/2117, che ha modificato il Regolamento (UE) n. 1308/2013 (Regolamento OCM). Il decreto rappresenta il primo intervento organico dell'ordinamento italiano volto a regolamentare in modo sistematico la produzione e la commercializzazione dei vini dealcolati e parzialmente dealcolati.

Il Regolamento (UE) 2021/2117 ha introdotto, mediante modifica del Regolamento (UE) n. 1308/2013, la disciplina dei vini dealcolati e parzialmente dealcolati e prevede che il trattamento di dealcolizzazione possa essere applicato ad alcune categorie di prodotti vitivinicoli già definite nell'Allegato VII, Parte II del regolamento OCM. [23,24]

In particolare, la possibilità di sottoporre a dealcolazione riguarda: [24]

- Vino
- Vino spumante
- Vino spumante di qualità
- Vino spumante di qualità del tipo aromatico
- Vino spumante gassificato
- Vino frizzante
- Vino frizzante gassificato

Con specifico riferimento alla designazione commerciale dei prodotti ottenuti mediante dealcolazione, la Commissione europea, con la Comunicazione C(2024) 649, ha fornito indicazioni interpretative sull'applicazione della normativa unionale relativa a tali categorie.

Prima di entrare nei dettagli, è utile chiarire la differenza tra vino dealcolato e vino parzialmente dealcolato:

- *Vino dealcolato*: designazione attribuita esclusivamente ai prodotti che hanno subito un processo effettivo di rimozione dell'etanolo mediante pratiche di dealcolazione autorizzate ($Tav \% < 0.5$). Non rientrano in questa categoria i prodotti il cui ridotto tenore alcolico deriva soltanto da miscelazione o

diluizione.

- *Vino parzialmente dealcolato*: vino sottoposto a una riduzione parziale del contenuto alcolico tramite processi autorizzati di dealcolazione, che mantenga comunque alcune caratteristiche organolettiche tipiche del vino ($Tav \% > 0.5$ e inferiore al TAV effettivo minimo della categoria che precede la dealcolizzazione). Anche in questo caso, non rientrano i vini semplicemente diluiti o miscelati.

Un primo aspetto riguarda la classificazione e la designazione dei prodotti ottenuti dalla miscelazione tra vini totalmente dealcolati e vini non dealcolati. Il punto 4 della Comunicazione chiarisce che la bevanda risultante dalla miscelazione può essere designata come vino qualora il titolo alcolometrico effettivo sia pari o superiore al valore minimo previsto per la categoria (8,5–9% vol., in funzione della zona viticola), configurandosi in tal caso una pratica di miscelazione o taglio. Diversamente, qualora il tenore alcolico della bevanda ottenuta sia inferiore a 8,5-9%, il prodotto non può essere denominato vino, poiché non soddisfa i requisiti analitici richiesti per la categoria. Il prodotto non può neppure essere qualificato come vino parzialmente dealcolato, in quanto la riduzione del tenore alcolico deriva dalla miscelazione e non da un processo di dealcolazione parziale. In tali casi è possibile ricorrere a denominazioni diverse, di carattere usuale o descrittivo, purché conformi alle disposizioni generali in materia di informazione al consumatore di cui al Regolamento (UE) n. 1169/2011. [23,25]

Secondo quanto chiarito al punto 4 della Comunicazione, la miscelazione di una partita di vino parzialmente dealcolato con un'altra partita di vino parzialmente dealcolato può dar luogo a un prodotto designabile come vino parzialmente dealcolato, in quanto ottenuto dalla miscela di vini entrambi sottoposti a parziale dealcolazione.

Con riferimento ai vini spumanti, non risulta attualmente possibile ottenere un prodotto a basso o nullo tenore alcolico mediante seconda fermentazione di un vino dealcolato, poiché tale processo comporta inevitabilmente la formazione di etanolo oltre che di anidride carbonica. Ne deriva un prodotto con titolo alcolometrico superiore a 0,5% vol., riconducibile alla categoria dei vini parzialmente dealcolati e da etichettare come tale. È invece possibile produrre vini spumanti gassificati dealcolati utilizzando un vino di base dealcolato al quale sia stata aggiunta anidride carbonica esterna. Le tecniche di dealcolizzazione attualmente disponibili non consentono, infatti di eliminare l'etanolo dai vini spumanti mantenendo invariato il contenuto naturale di anidride carbonica. [23]

I processi di dealcolazione ammessi sono soggetti a condizioni volte a garantire che il trattamento non alteri la natura del prodotto vitivinicolo e preservi le caratteristiche organolettiche del prodotto di partenza e rispettando i limiti analitici e compositivi previsti per la categoria di appartenenza del prodotto, ad eccezione del titolo alcolometrico effettivo. È inoltre necessario evitare che il trattamento produca effetti assimilabili a un arricchimento del prodotto, in particolare nei casi di vini ottenuti da mosti precedentemente arricchiti e successivamente sottoposti a riduzione del contenuto di etanolo.

Tale restrizione risponde all'esigenza di preservare l'equilibrio compositivo del prodotto e di impedirne l'alterazione della natura. L'arricchimento del mosto e dei vini è disciplinato dal Regolamento (UE) n. 1308/2013 e dal Regolamento (UE) 2019/934, che stabiliscono limiti quantitativi e condizioni tecniche per l'aumento del titolo alcolometrico naturale. [26]

Tale restrizione assume rilievo nell'ambito dei controlli ufficiali, che comprendono verifiche documentali e analitiche non solo sul prodotto finito, ma anche sulle operazioni di produzione precedenti, al fine di accertare l'assenza di pratiche di arricchimento antecedenti alla dealcolizzazione. Nell'ambito del sistema delineato dal Regolamento (UE) 2017/625, queste attività rientrano tra le verifiche volti ad accertare la conformità dei processi produttivi alla normativa vigente. In tale sistema, i laboratori ufficiali dell'ICQRF svolgono un ruolo essenziale, poiché l'analisi dei parametri chimico-fisici consente di integrare le verifiche documentali con un riscontro tecnico-analitico sul prodotto. [3]

Il D.M. 20 dicembre 2024 introduce specifiche condizioni operative per l'applicazione dei processi di dealcolizzazione, tra cui il divieto di aggiunta di acqua o aromi esogeni al prodotto successivamente al trattamento. È invece ammesso il recupero dell'acqua e degli aromi endogeni derivanti dal processo, nel rispetto delle pratiche enologiche autorizzate. La normativa nazionale conferma inoltre la possibilità di effettuare ulteriori trattamenti enologici consentiti dalla disciplina unionale, quali dolcificazione e aggiunta di anidride carbonica. [23]

L'articolo 92, paragrafo 1 del Regolamento (UE) n. 1308/2013, come modificato dal Regolamento (UE) 2021/2117, prevede che la dealcolazione totale non sia consentita per i prodotti vitivinicoli a Denominazione di Origine Protetta (DOP) e a Indicazione Geografica Protetta (IGP). Questi prodotti possono essere sottoposti, secondo la normativa unionale, ai trattamenti di dealcolizzazione parziale, a condizione che i produttori interessati provvedano a un'apposita modifica dei relativi disciplinari di produzione.

Nei disciplinari devono essere incluse le caratteristiche analitiche e organolettiche dei vini parzialmente dealcolati, al fine di garantirne la coerenza con l'identità del prodotto tutelato. Diversamente da quanto previsto a livello unionale, l'ordinamento nazionale ha adottato un approccio più restrittivo. Il D.M 20 dicembre 2024, all'articolo 3 preclude in Italia qualunque forma di dealcolazione, sia totale sia parziale, per i prodotti vitivinicoli DOP e IGP. Tale scelta può essere ricondotta alla facoltà riconosciuta agli Stati membri di introdurre misure più rigorose al fine di tutelare le caratteristiche essenziali dei vini prodotti sul proprio territorio. [27]

La disciplina dei vini dealcolati e parzialmente dealcolati assume rilievo anche sotto il profilo fiscale. Nell'ordinamento italiano, il sistema delle accise⁵ è disciplinato dal D.lgs. 26 ottobre 1995, n. 504 (Testo Unico delle Accise), che individua i prodotti soggetti a imposizione anche in base al tenore alcolico. Il vino tradizionale rientra tra i prodotti alcolici soggetti ad accisa, sebbene l'aliquota applicata in Italia sia pari a zero. [28]

A tal riguardo, il quadro normativo nazionale, è stato oggetto di recenti interventi di revisione nel 2025, volti a razionalizzare i criteri di applicazione dell'imposta. Nel dettaglio, il decreto interministeriale del 29 dicembre 2025 (G.U. n. 3 del 5 gennaio 2026) adottato dal Ministero dell'Economia e delle Finanze di concerto con il MASAF, ha disciplinato i profili fiscali connessi ai processi di dealcolazione del vino. Il provvedimento chiarisce che l'alcol etilico separato durante la dealcolazione resta soggetto al regime delle accise previsto dal Testo Unico, mentre la produzione di vino dealcolato ($\leq 0,5\%$ vol) è assoggettata a un regime amministrativo e fiscale specifico. [29]

Il decreto individua inoltre i soggetti autorizzati allo svolgimento delle operazioni di dealcolazione, ossia gli operatori titolari di depositi fiscali di prodotti alcolici intermedi o vino, introducendo specifici titoli autorizzatori, obblighi di registrazione e adempimenti finalizzati a garantire la tracciabilità dei processi. Il titolo alcolometrico assume così rilievo centrale per distinguere vino, vino parzialmente dealcolato e prodotto non alcolico anche ai fini fiscali.

⁵Accise: imposte indirette regolate a livello UE, applicate sulla produzione o sull'immissione in consumo di specifiche categorie di prodotti, tra cui i prodotti energetici, l'elettricità, i tabacchi lavorati e le bevande alcoliche. Nell'ordinamento italiano la disciplina generale è contenuta nel D.Lgs. 26 ottobre 1995, n. 504 (Testo unico delle accise).

I vini parzialmente dealcolati, mantenendo un contenuto alcolico superiore a 0,5% vol, restano nell'ambito dei prodotti alcolici soggetti al sistema delle accise, mentre i vini completamente dealcolati, caratterizzati da un titolo alcolometrico non superiore a 0,5% vol, non sono qualificabili come bevande alcoliche ai fini fiscali e risultano pertanto esclusi dal relativo campo di applicazione. [23]

1.4 Produzione e commercializzazione dei prodotti vitivinicoli

La disciplina della produzione e della commercializzazione dei prodotti vitivinicoli costituisce la dimensione applicativa del quadro giuridico precedentemente delineato. Essa si fonda sulle disposizioni dell'Unione Europea in materia di organizzazione comune di mercato e sulle relative norme attuative relative alle pratiche enologiche, presentazione, etichettatura e gestione documentale, nonché sulla Legge 12 dicembre 2016, n. 238 (Testo Unico della vite e del vino). Le regole tecniche relative alle pratiche enologiche, alla classificazione dei prodotti e alle condizioni di immissione sul mercato assicurano la coerenza dei prodotti vitivinicoli con il quadro normativo di settore, in raccordo con le disposizioni generali sull'informazione ai consumatori previste dal Regolamento (UE) 1169/2011 nonché il D.lgs. 231/2017, quale riferimento sanzionatorio in materia di informazione al consumatore. [20,23,30]

La materia prima destinata alla produzione dei prodotti vitivinicoli è costituita da uve provenienti da varietà della specie *Vitis vinifera* o da varietà ottenute da incroci tra *Vitis vinifera* e altre specie del genere *Vitis*. [31]

Lo stato di maturazione dell'uva rappresenta uno dei principali fattori che condizionano la qualità del prodotto finito, in particolare in relazione all'equilibrio tra zuccheri e acidità. In condizioni ordinarie, la vendemmia si colloca tra la fine di luglio e la fine di ottobre con variazioni legate a caratteristiche varietali, condizioni pedoclimatiche e andamento stagionale. Il cambiamento climatico sta influenzando sempre più frequentemente il tempo di raccolta e costringe i produttori ad anticipare le normali tempistiche.

La raccolta delle uve può essere effettuata manualmente o mediante mezzi meccanici. La scelta del metodo dipende da fattori agronomici, economici e qualitativi, nonché dalla tipologia di vino che si intende ottenere.

Una vendemmia anticipata può rispondere a esigenze tecnologiche, per preservare acidità e freschezza aromatica; al contrario le raccolte tardive sono invece funzionali alla produzione di vini da uve stramature o destinate all'appassimento (vini passiti).

Sebbene la normativa unionale non imponga un metodo specifico di raccolta, per i vini DOP e IGP, i disciplinari di produzione possono prevedere prescrizioni particolari, tra cui modalità di raccolta selettiva spesso manuale. Tali prescrizioni non derivano dalla categoria tecnologica del vino, ma dalle condizioni stabilite per la singola denominazione. [32]

Ciò avviene in particolare per:

- Vini da uve appassite (DOP), per i quali è richiesta la selezione di grappoli integri destinati al successivo appassimento;
- Vini da vendemmia tardiva (DOP o IGP) che richiedono una raccolta selettiva.
- Vini da uve bottrizzate (DOP), nei quali la raccolta manuale consente la selezione degli acini colpiti da muffa nobile;
- Vini prodotto da vigneti storici o eroici (DOP o IGP) dove le condizioni morfologiche del territorio rendono di fatto impraticabile la meccanizzazione;
- Vini spumanti metodo classico (DOP), per i quali l'integrità del grappolo è funzionale alla qualità del mosto base.

A seguito della raccolta, le uve vengono sottoposte alle operazioni di trasformazione, che comprendono la pigiatura, la diraspatura e l'estrazione del mosto, fase nella quale si determina la composizione chimica di base destinata a evolvere nel corso della fermentazione. Il mosto ottenuto si presenta come un liquido inizialmente torbido, debolmente colorato e con una densità elevata in funzione dell'elevato contenuto zuccherino, con una resa media di circa 75–80 L per quintale di uva.

Nella figura seguente sono riportati i principali componenti del mosto e i relativi intervalli di concentrazione mediamente riscontrabili.

COMPONENTE	CONCENTRAZIONE
ACQUA	70-85 %
ZUCCHERI (GLUCOSIO + FRUTTOSIO)	150-250 g/L
PENTOSI	0,5-1 g/L
ACIDO TARTARICO	2-5 g/L
ACIDO MALICO	1-4 g/L
ACIDO CITRICO	tracce
SALI MINERALI	2-5 g/L
COMPOSTI FENOLICI	0,2-3 g/L
PECTINE	0,5-3 g/L
PROTEINE E COLLOIDI	0,1-0,5 g/L

Figura 6: Composizione chimica media del mosto d'uva.

Fonte: Elaborazione dell'autore su dati OIV e letteratura enologica.

Tra le principali componenti del mosto, il contenuto zuccherino, l'acidità, il pH e la frazione azotata rappresentano parametri oggetto di valutazione analitica, in quanto incidono sulle pratiche enologiche consentite e sulla verifica della conformità alla normativa unionale di settore⁶. Il tenore in zuccheri è correlato al titolo alcolometrico potenziale del vino e assume rilievo nelle operazioni di arricchimento. Gli acidi presenti contribuiscono alla definizione dell'acidità del mosto, influenzandone il pH, la stabilità microbiologica e l'evoluzione nel corso della fermentazione. Le pratiche di arricchimento, acidificazione e disacidificazione sono disciplinate dal Regolamento (UE) N. 1308/2013 e del Regolamento delegato (UE) 2019/934, che ne definiscono le condizioni e le restrizioni da applicare. [18,31]

⁶Regolamento (UE) n. 1308/2013; Regolamento (UE) 2019/934; metodi ufficiali OIV.

1.4.1 Produzione vitivinicola

La fase centrale della trasformazione del mosto in vino è rappresentata dalla fermentazione alcolica. Questo processo, oltre a determinare la natura stessa del prodotto finale, assume rilievo giuridico, in quanto costituisce l'elemento che consente di qualificare il prodotto come vino a sensi della normativa unionale di settore. La fermentazione alcolica rientra tra le pratiche enologiche autorizzate previste dal Regolamento (UE) 2019/934, che definisce le condizioni di applicazione dei trattamenti ammessi nel corso della vinificazione. La normativa consente l'impiego di lieviti selezionati, il controllo delle condizioni di temperatura e ossigenazione e l'utilizzo di sostanze enologiche autorizzate, purché finalizzati a garantire la stabilità e la corretta evoluzione del prodotto senza alterarne la natura.

Durante la fermentazione possono essere adottati interventi tecnici finalizzati alla regolarità del processo, quali l'aggiunta di nutrienti per i lieviti, utilizzo di anidride solforosa (SO_2) secondo le pratiche autorizzate e il controllo dei parametri chimico-fisici del mosto. Tali operazioni, rientrano tra le pratiche enologiche disciplinate dalla normativa unionale, in particolare dal Regolamento (UE) n. 1308/2013 e dal Regolamento (UE) 2019/934, che definiscono le condizioni di applicazione dei trattamenti consentiti nel corso della vinificazione. Tra le pratiche enologiche previste dalla normativa unionale, rientra anche l'arricchimento del mosto e dei vini, per il quale la normativa prevede limiti quantitativi, condizioni tecniche e obblighi di comunicazione alle autorità competenti. Tali operazioni devono essere preventivamente registrate e risultano soggette a controlli ufficiali, sia documentali sia analitici, svolti dall'ICQRF al fine di verificarne la conformità alla disciplina vigente. [17,29,31]

Al termine della fermentazione alcolica, il vino è sottoposto a operazioni post-fermentative volte alla stabilizzazione chimico-fisica e microbiologica del prodotto. Tra le prime operazioni si collocano la svinatura e i travasi, che consentono la separazione del vino dalle fecce grossolane e il suo trasferimento in recipienti idonei alla conservazione. In alcuni casi può avvenire la fermentazione malolattica, processo mediante il quale l'acido malico viene trasformato in acido lattico, con effetti sulla stabilità microbiologica e sul profilo sensoriale del vino. Tale trasformazione presenta implicazioni analitiche rilevanti ai fini dei controlli ufficiali.

Successivamente, il vino può essere sottoposto a operazioni di chiarifica e filtrazione, finalizzate alla rimozione delle particelle sospese, e alla prevenzione di fenomeni di

precipitazione o alterazioni durante la conservazione e la distribuzione. Infine, segue la fase di affinamento, ovvero il periodo di maturazione del vino in recipienti idonei, quali acciaio, legno o bottiglia. Tale fase può assumere rilevanza giuridica, soprattutto per i vini a denominazione di origine o indicazione geografica, per i quali i disciplinari di produzione possono prevedere tempi minimi o modalità specifiche di maturazione.

Nel loro complesso, le operazioni post-fermentative consentono di ottenere un prodotto stabile e conforme ai requisiti normativi, idoneo alle successive fasi di confezionamento e immissione in commercio, sottoposte a verifiche ufficiali. Con il completamento di tali fasi, il vino assume la configurazione di prodotto finito. Le fasi produttive descritte rappresentano il percorso ordinario e costituiscono la base tecnologica anche per i vini successivamente sottoposti a processi di dealcolazione o parziale dealcolazione. [33]

1.4.2 Immissione in commercio ed etichettatura

L'immissione in commercio rappresenta la fase del ciclo vitivinicolo in cui il prodotto entra nel circuito di distribuzione ed è destinato al consumatore finale. In questa fase il vino assume piena rilevanza giuridica e è soggetto a specifiche disposizioni normative relative alla presentazione, alla tracciabilità e all'informazione al consumatore. L'immissione sul mercato presuppone che il prodotto sia conforme ai requisiti di composizione, alle pratiche enologiche autorizzate e alle caratteristiche dichiarate, elementi che possono essere verificati nell'ambito delle verifiche ufficiali. Le disposizioni relative alla presentazione e all'etichettatura appresentano strumenti indispensabili per garantire la trasparenza del mercato e la tutela del consumatore. [34]

L'etichettatura dei prodotti vitivinicoli è regolata dalla normativa unionale di settore, in particolare dal Regolamento (UE) n. 1308/2013 e dal Regolamento delegato (UE) 2019/33, che definiscono le disposizioni in materia di presentazione, designazione ed etichettatura dei vini, in coordinamento con il Regolamento (UE) n. 1169/2011 relativo all'informazione alimentare al consumatore. In particolare, tale sistema informativo assume una rilevanza ancora maggiore nel caso delle produzioni a Indicazione Geografica, nelle quali le informazioni riportate in etichetta non hanno soltanto una funzione descrittiva, ma rappresentano elementi essenziali di tutela dell'origine, della qualità e dell'identità del prodotto. [25]

Proprio per tale valore economico e reputazionale, le produzioni a IG sono oggetto di un sistema di controlli ufficiali volto a prevenire e reprimere l'uso illecito delle denominazioni protette.

L'intensità del sistema dei controlli ufficiali trova riscontro nei dati relativi all'attività ispettiva svolta nel settore vitivinicolo nel corso del 2024, che evidenziano il peso di questo comparto nell'ambito delle attività di vigilanza sui prodotti agroalimentari. L'ICQRF svolge oltre il 30% di tutti i controlli nel settore effettuati dalle autorità nazionali, con circa 55.000 controlli all'anno (90% di prodotti alimentari) e circa 1/3 dei controlli si concentra sul settore vitivinicolo. Le verifiche effettuate dagli Uffici ispettivi e dai laboratori hanno posto maggiore attenzione nei confronti delle produzioni di qualità certificata. Oltre al numero dei controlli totali ispettivi analitici, al numero di ordinanze e ingiunzioni, al numero di sequestri effettuati con un determinato valore economico, si presentano una varia tipologia di violazioni amministrative accertate. [1]



Figura 7: Attività complessiva dei controlli ufficiali nel settore agroalimentare (2024).

Fonte: ICQRF, Report attività 2024, MASAF, pg. 74.

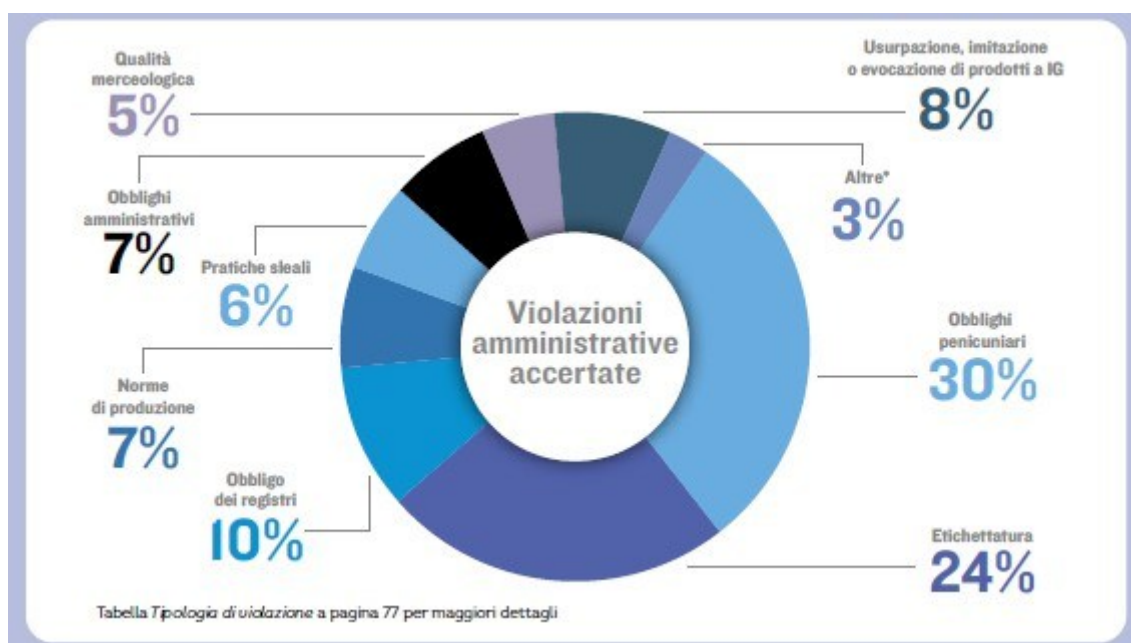


Figura 8: Violazioni amministrative accertate, anno 2024.

Fonte: ICQRF, Report attività 2024, MASAF, pg. 74.

ICQRF - Attività di controllo per settore merceologico								
Settore	Controlli totali (n.)	Di cui ispettivi (n.)	Di cui analitici (n.)	Operatori controllati (n.)	Operatori irregolari (%)	Prodotti controllati (n.)	Prodotti irregolari* (%)	Esiti analitici irregolari (%)
Vitivinicolo	17.710	14.270	3.440	8.340	23,4	20.085	14,2	4,6

Figura 9: Controlli ufficiali svolti nel comparto vitivinicolo dall'ICQRF nel 2024.

Fonte: ICQRF, Report attività 2024, MASAF, pg. 74.

ICQRF - Risultati dei controlli per settore merceologico						
Settore	Notizie di reato (n.)	Contestazioni amm.ve (n.)	Sequestri (n.)	Valore sequestri (€)	Prodotti sequestrati (kg)	Diffide (n.)
Vitivinicolo	18	2.583	202	9.959.538	5.190.445	1.483

Figura 10: Risultati dei controlli ufficiali nel comparto vitivinicolo nel 2024.

Fonte: ICQRF, Report attività 2024, MASAF, pg. 74.

	Obblighi pecuniari (n.)	Etichettatura (n.)	Obbligo dei Registri (n.)	Norme di produzione (n.)	Pratiche sleali (n.)	Obblighi amministrativi (n.)	Qualità merceologica (n.)	Usurpazione, imitazione o evocazione di prodotti a IG (n.)	Altre violazioni* (n.)	Totale (n.)
Vitivinicolo	1.462	743	545	177	2	431	4	133	20	3.517

Figura 11: Violazioni amministrative accertate nel corso del 2024 dall'ICQRF.

Fonte: *ICQRF*, Report attività 2024, *MASAF*, pg. 74.

I dati confermano il comparto vitivinicolo tra i settori maggiormente interessati dall'attività di vigilanza, evidenziando il rilievo dei controlli analitici quale strumento essenziale per la verifica della conformità compositiva e documentale dei prodotti. Sotto il profilo operativo, l'etichettatura assume rilievo in quanto le informazioni riportate costituiscono elementi verificabili sia documentalmente sia attraverso riscontri analitici.

Con riferimento ai vini rientranti nelle categorie previste dall'Allegato VII, Parte II del Regolamento (UE) n. 1308/2013, la normativa unionale stabilisce specifici elementi obbligatori che devono essere riportati in etichetta ai fini della loro immissione in commercio. In origine, ai sensi dell'articolo 13, paragrafo 4 del Regolamento (UE) n. 1169/2011, le bevande alcoliche con titolo alcolometrico superiore a 1,2% vol., inclusi i prodotti vitivinicoli, erano esentate dall'obbligo di riportare in etichetta la dichiarazione nutrizionale e l'elenco degli ingredienti. Tale deroga è stata superata con l'adozione del Regolamento (UE) 2021/2117, che ha modificato la disciplina dell'OCM, introducendo l'obbligo di indicare anche per i vini l'elenco degli ingredienti (compresi i residui) e la dichiarazione nutrizionale. Il valore energetico deve essere riportato direttamente in etichetta, mentre l'elenco degli ingredienti e la dichiarazione nutrizionale completa possono essere forniti anche mediante strumenti digitali, quali codici QR o sistemi elettronici equivalenti (c.d. e-label). [35]



Figura 12: E-label per prodotti vitivinicoli mediante QR code.

Fonte: Cantine.wine.

Le informazioni possono essere rese disponibili tramite qualsiasi mezzo elettronico accessibile al pubblico, mediante codici a barre o collegamenti digitali che rinviano a contenuti online consultabili attraverso strumenti di accesso universale. Il sistema utilizzato non deve raccogliere né tracciare i dati degli utenti e il collegamento alle informazioni deve figurare direttamente sull'imballaggio, in posizione visibile, leggibile e indelebile. L'impiego di strumenti di accesso altamente specializzati o non di uso comune non risponde alle finalità dell'etichettatura elettronica. Eventuali indicazioni supplementari possono essere fornite solo se conformi al Regolamento (UE) n. 1169/2011 e purché non risultino fuorvianti per il consumatore e siano basate su dati scientifici pertinenti. [34, 35]

La dichiarazione nutrizionale completa può includere, oltre al valore energetico, anche la quantità di grassi (di cui acidi grassi saturi), di carboidrati (di cui zuccheri), di proteine e di sale. I valori dichiarati sono valori medi stabiliti, a seconda dei casi, sulla base dell'analisi dell'alimento effettuata dal fabbricante, del calcolo effettuato a partire dai valori medi noti o effettivi relativi agli ingredienti utilizzati oppure del calcolo effettuato a partire da dati generalmente stabiliti e accettati. L'articolo 34, paragrafo 5 del Regolamento (UE) n. 1169/2011 prevede che, qualora il valore energetico o la quantità di determinate sostanze nutritive sia trascurabile, le relative informazioni possano essere sostituite da indicazioni del tipo "contiene quantità trascurabili di..", da riportare in prossimità della dichiarazione

nutrizionale. In caso contrario, tutti gli elementi obbligatori devono essere indicati anche quando il loro tenore è pari a zero. [25]

Se la dichiarazione nutrizionale sull'imballaggio o sull'etichetta contiene soltanto il valore energetico, ossia nei casi in cui la dichiarazione nutrizionale completa è fornita per via elettronica, il nuovo paragrafo 4 dell'articolo 119 del regolamento OCM modificato consente esplicitamente di esprimere il valore energetico utilizzando il simbolo "E" seguito dal relativo valore.

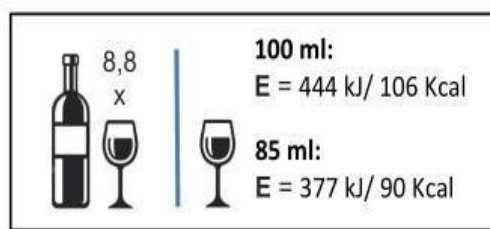


Figura 13: Indicazione del valore energetico in etichetta di un prodotto vitivinicolo.

Fonte: Federvini, materiale informativo tecnico.

L'elenco degli ingredienti dei prodotti vitivinicoli è disciplinato dal Regolamento delegato (UE) 2019/33, che stabilisce le modalità di presentazione delle sostanze impiegate nel processo produttivo. L'indicazione delle materie prime che costituisce l'ingrediente principale del vino, può essere effettuata specificando se sono state utilizzate uve, uve pigiate e/o mosti d'uva, oppure mediante l'impiego del solo termine "uve". Devono inoltre essere indicati il mosto d'uva concentrato, il mosto d'uva concentrato rettificato e il saccarosio, qualora impiegati nelle operazioni di arricchimento o dolcificazione. L'arricchimento del mosto o del vino, finalizzato all'aumento del titolo alcolometrico, è disciplinato dalla normativa unionale e può essere effettuato mediante l'aggiunta di mosto d'uva concentrato, mosto d'uva concentrato rettificato o, nei casi consentiti, saccarosio, nel rispetto dei limiti quantitativi e delle condizioni stabilite dal Regolamento (UE) n. 1308/2013 e dal Regolamento (UE) 2019/934. Anche le operazioni di dolcificazione devono essere effettuate esclusivamente con prodotti vitivinicoli autorizzati e risultano soggette a specifiche condizioni normative e a controlli ufficiali volti a verificarne la conformità. Devono inoltre essere indicati gli eventuali additivi e le sostanze che possono causare allergie o intolleranze, secondo le modalità previste dall'Allegato I, Parte A del Regolamento (UE) 2019/33. Devono essere altresì indicati eventuali regolatori di acidità,

agenti stabilizzanti, nonché gas e gas di imballaggio impiegati nel processo produttivo, conformemente all'Allegato I, Parte A, Tabella 2 del Regolamento (UE) n. 2019/934.[35]

L'elenco degli ingredienti e la dichiarazione nutrizionale, in quanto nuove indicazioni obbligatorie costituiscono parte integrante della “descrizione del prodotto” nei documenti di accompagnamento, di cui all'articolo 10 e all'allegato V, sezione A, del Reg. delegato UE n.2018/273. L'articolo 8, paragrafo 8 del Regolamento (UE) n. 1169/2011 impone agli operatori del settore alimentare che forniscono prodotti ad altri operatori della filiera, non destinati al consumatore finale, di garantire la presenza e l'esattezza delle informazioni relative agli alimenti. Tutti i vini nazionali o importati immessi sul mercato dell'Unione europea dopo l'8 dicembre 2023 devono, in linea generale, soddisfare i nuovi requisiti in materia di etichettatura. I vini prodotti ed etichettati prima di tale data possono tuttavia continuare a essere commercializzati conformemente alle disposizioni precedentemente applicabili, fino ad esaurimento delle scorte. Analogamente, i vini importati nell'Unione europea prima dell'8 dicembre 2023 possono continuare a essere commercializzati secondo le disposizioni di etichettatura precedentemente vigenti fino ad esaurimento delle scorte. Le norme generali relative alla presentazione delle indicazioni obbligatorie dei prodotti vitivinicoli sono stabilite dall'articolo 40 del Regolamento delegato (UE) 2019/33. I caratteri utilizzati per tali indicazioni, compresi quelli relativi alla dichiarazione nutrizionale e all'elenco degli ingredienti, devono avere dimensioni pari o superiori a 1,2 mm, indipendentemente dal formato utilizzato. [34,35]

I documenti di accompagnamento dei prodotti vitivinicoli previsti dalla normativa unionale accompagnano i vini sfusi e imbottigliati durante le fasi di trasporto e commercializzazione e costituiscono strumenti fondamentali ai fini dei controlli ufficiali e della tracciabilità del prodotto. Nel caso del vino sfuso, la lista degli ingredienti dovrà essere riportata nei documenti di accompagnamento e relativamente alla dichiarazione nutrizionale, l'articolo 2 del regolamento 2023/1606 stabilisce l'obbligo di indicare la sola lista degli ingredienti.

Per i vini destinati all'esportazione si applica la deroga prevista dall'articolo 42 del Regolamento (UE) n. 2019/33, che consente di adattare l'etichettatura alle prescrizioni del Paese terzo di destinazione qualora le norme dell'Unione europea risultino incompatibili con quelle previste da tale ordinamento. In tali casi, i prodotti esportati possono essere esonerati dall'indicazione dei valori nutrizionali e dell'elenco degli ingredienti qualora la normativa del Paese importatore richieda informazioni differenti o incompatibili con quelle previste dalla disciplina unionale.

Il mancato rispetto delle disposizioni in materia di etichettatura e informazione al consumatore, previste dall'articolo 119 del Regolamento (UE) n. 1308/2013 e dal Regolamento (UE) n. 2019/33, comporta l'applicazione delle relative disposizioni sanzionatorie, tra cui quelle previste dall'articolo 74, comma 1, della legge 238/2016.

Nell'ambito della disciplina relativa all'immissione in commercio e all'etichettatura dei prodotti vitivinicoli, assume crescente rilievo la regolamentazione dei vini dealcolati e parzialmente dealcolati, la cui crescente diffusione nel mercato unionale ha richiesto una serie di chiarimenti. Il Regolamento (UE) 2021/2117 ha introdotto specifiche disposizioni in materia di vini dealcolati e parzialmente dealcolati, apportando modifiche al Regolamento (UE) n. 1308/2013 (OCM) anche con riferimento all'etichettatura dei prodotti vitivinicoli. Successivamente, la Commissione europea, con la Comunicazione C(2024)694, ha fornito chiarimenti interpretativi sull'applicazione della normativa unionale relativa a tali categorie, con particolare riguardo alla designazione e alla presentazione dei prodotti sottoposti a dealcolazione. [34]

In particolare, qualora il vino abbia subito il trattamento di dealcolizzazione, la designazione della categoria (vino, vino frizzante, vino spumante), deve essere accompagnata dall'indicazione "dealcolato" o "parzialmente dealcolato" obbligo che si applica anche ai vini DOP e IGP. Ai sensi dell'articolo 119, paragrafo 1 del Regolamento OCM, per i prodotti vitivinicoli sottoposti a processi di dealcolizzazione è inoltre prevista l'indicazione del termine minimo di conservazione, corrispondente alla data fino alla quale il prodotto conserva le proprie caratteristiche specifiche in adeguate condizioni di conservazione. Tale indicazione deve essere, ove necessario, accompagnata dalle modalità di conservazione idonee a garantire il mantenimento delle proprietà del prodotto per il periodo indicato.

I vini sottoposti a processi di dealcolizzazione sono soggetti alle medesime regole di etichettatura previste per gli altri prodotti vitivinicoli. In particolare, resta obbligatoria l'indicazione del titolo alcolometrico volumico effettivo in etichetta, ai sensi dell'articolo 119, paragrafo 1 del Regolamento (UE) n. 1308/2013, disposizione applicabile a tutti i prodotti vitivinicoli indipendentemente dal loro grado alcolico e senza eccezioni per i vini dealcolati e parzialmente dealcolati. Anche con riferimento alle informazioni volontarie non si rilevano differenze sostanziali rispetto agli altri prodotti vitivinicoli.

La Comunicazione della Commissione C(2024) 649 conferma la possibilità di indicare in etichetta elementi quali l'annata o il nome della varietà, purché nel rispetto dei criteri

stabiliti dal Regolamento (UE) n. 1169/2011 per le informazioni fornite su base volontaria. Tali indicazioni non devono indurre in errore il consumatore, devono basarsi su dati verificabili e non possono occupare lo spazio riservato alle informazioni obbligatorie.

La Comunicazione della Commissione C/2024/694, ritiene in linea di principio consentito anche l'uso di termini come "analcolico" o "alcohol free", come indicazioni supplementari in un vino totalmente dealcolizzato. Tali diciture, tuttavia, non possono sostituire l'indicazione obbligatoria "dealcolato", che deve comunque figurare in etichetta.

Restano applicabili le ulteriori disposizioni in materia di etichettatura previste dal Regolamento (UE) n. 1308/2013 e dal Regolamento delegato (UE) 2019/33. In particolare, l'articolo 44 di quest'ultimo stabilisce che il titolo alcolometrico effettivo indicato in etichetta non possa discostarsi di oltre 0,5% vol. (o 0,8% vol. nei casi previsti) rispetto a quello determinato dall'analisi. Tale tolleranza si applica anche ai vini dealcolati e parzialmente dealcolati entro i limiti stabiliti per ciascuna categoria. Qualora le analisi evidenziano un contenuto alcolico superiore a 0,5% vol. in un prodotto etichettato come totalmente dealcolato, esso dovrà essere riclassificato ed etichettato come vino parzialmente dealcolato. [32,33]

1.5 Attività dell'ICQRF nel settore vitivinicolo

A livello nazionale, il sistema dei controlli nel settore vitivinicolo è disciplinato dalla legge 12 dicembre 2016, n. 238 (Testo unico della vite e del vino), che individua l'ICQRF quale autorità competente per l'esecuzione dei controlli ufficiali e per la vigilanza sugli Organismi di Controllo incaricati della verifica della conformità dei vini a DOP e IGP.[1]. Gli OdC, autorizzati dal Masaf, sono accreditati secondo la normativa ISO/IEC 17065 che riporta i "Requisiti per gli Organismi di Valutazione della Conformità che Certificano Prodotti, Processi e Servizi. [36]

In termini giuridici gli OdC rappresentano degli organismi delegati mentre l'ICQRF, secondo gerarchia, risulta essere l'autorità competente per i controlli ufficiali. Il Regolamento (UE) n. 1308/2013 disciplina il regime delle DOP e IGP nel settore vitivinicolo e consente agli Stati membri di affidare i controlli di conformità a organismi terzi, senza trasferire loro le funzioni proprie dell'autorità competente. Il Regolamento (UE) 2017/625 definisce invece il quadro generale dei controlli ufficiali lungo la filiera

agroalimentare, individuando nell'autorità pubblica il soggetto titolare delle funzioni di controllo e prevedendo la possibilità di delegare specifiche attività a organismi terzi sotto la sua responsabilità.[1]

Food		Vini		Biologici		Bevande spiritose		Vini aromatizzati	
Privati	Pubblici	Privati	Pubblici	Privati	Pubblici	Privati	Pubblici	Privati	Pubblici
24	17	7	5	19	-	1	2	-	1

Figura 14: Numero di OdC per settore.

Fonte: ICQRF, Report attività, 2024, p.37.

Food			Vini		Bevande spiritose	Vini aromatizzati
DOP	IGP	STG	DOP	IGP	IG	IG
174	150	4	410	119	35	1

Figura 15: Numero di prodotti IG.

Fonte: ICQRF, Report attività, 2024, p.37.

Per i vini DOP e IGP, l’attività di controllo si articola in verifiche documentali, campionamenti e analisi di laboratorio finalizzate all’accertamento della conformità del prodotto ai requisiti previsti dal disciplinare. Tali attività rientrano nel sistema dei controlli ufficiali disciplinato dal Regolamento (UE) 2017/625. L’ICQRF, in qualità di autorità nazionale competente, esercita funzioni di coordinamento sull’operato degli organismi di controllo e mantiene poteri ispettivi e di intervento diretto in caso di irregolarità. La valutazione della conformità e le azioni conseguenti sono disciplinate dal Regolamento (UE) 2017/625 e dalla normativa nazionale rappresentata dalla Legge 12 dicembre 2016, n. 238. [1,3,20]

Per i vini *privi di denominazione di origine o indicazione geografica* inclusi i vini sfusi, i controlli ufficiali sono effettuati direttamente dall’ICQRF senza l’intervento di organismi terzi, mediante verifiche ispettive, campionamenti ufficiali e analisi di laboratorio finalizzate alla verifica della conformità alla normativa vigente.

Nel corso delle verifiche ispettive e documentali, l'Ispettorato accerta la regolarità dei registri di cantina, della documentazione di accompagnamento, della tracciabilità del prodotto e la corrispondenza tra le giacenze fisiche e le dichiarazioni rese dagli operatori, in conformità al Regolamento (UE) 2017/625 e alla legge n. 238/2016. Nell'ambito delle medesime attività viene inoltre effettuato il campionamento ufficiale secondo procedure normate, comprensivo della suddivisione in aliquote e della redazione del verbale di prelievo. [1]

I campioni prelevati sono successivamente sottoposti ad analisi di laboratorio presso i laboratori ufficiali dell'ICQRF, accreditati ai sensi della norma ISO/IEC 17025, mediante l'applicazione di metodi ufficiali dell'OIV⁷ recepiti dalla normativa unionale. I risultati analitici sono infine valutati ai fini della conformità normativa e, in caso di non conformità, si procede all'adozione delle misure previste dal Regolamento (UE) 2017/625 e dalla Legge n. 238/2016, che disciplina il sistema sanzionatorio nazionale e i provvedimenti conseguenti, inclusi eventuali sequestri.

Nel corso del 2024, l'ICQRF ha svolto specifiche attività di controllo su tutto il territorio nazionale finalizzate alla verifica della conformità delle relazioni commerciali tra acquirenti e fornitori alle disposizioni del d.lgs. n. 198/2021 in materia di pratiche commerciali sleali nella filiera agroalimentare. I controlli hanno riguardato le transazioni tra produttori e organizzazioni di produttori, imprese di trasformazione e operatori della distribuzione all'ingrosso e al dettaglio, con particolare attenzione ai settori caratterizzati da maggiore rilevanza economica e da una più elevata esposizione al rischio di irregolarità. Gli obiettivi operativi sono stati definiti tenendo conto delle esigenze di coordinamento a livello territoriale, della presenza di specifici comparti produttivi nelle diverse aree geografiche e della localizzazione delle sedi operative delle imprese oggetto di verifica. Complessivamente, nel 2024, l'ICQRF ha effettuato 809 controlli, tra ispezioni e verifiche documentali, interessando 325 operatori economici tra acquirenti e fornitori ed elevando 564 contestazioni amministrative a seguito delle violazioni accertate. Sebbene il maggior numero di irregolarità sia stato riscontrato nei settori lattiero-caseario e ortofrutticolo, tali attività di vigilanza si inseriscono in un più ampio sistema di controllo volto a garantire la

⁷L'OIV è un'organizzazione intergovernativa di carattere tecnico-scientifico con la funzione di coordinamento nel settore vitivinicolo e l'elaborazione di standard tecnici, definizioni e metodi ufficiali di analisi. Pur non avendo valore normativo vincolante, tali metodi costituiscono un riferimento tecnico per i laboratori ufficiali e sono frequentemente richiamati nella normativa unionale e nazionale in materia di controlli enologici.

trasparenza e la correttezza delle relazioni commerciali lungo l'intera filiera agroalimentare, inclusa quella vitivinicola.

I controlli effettuati consentono di verificare la regolarità delle operazioni di vendemmia, vinificazione e stoccaggio, nonché la corretta tenuta dei registri telematici di cantina e dei documenti di accompagnamento dei prodotti vitivinicoli. L'ICQRF accerta inoltre la conformità delle pratiche enologiche impiegate rispetto a quelle consentite dalla normativa unionale e procede al prelievo di campioni ufficiali sottoposti ad analisi di laboratorio. Ulteriori attività riguardano i controlli sull'etichettatura e sulla presentazione dei prodotti, nonché l'attività antifrode. Tali funzioni si esplicano anche attraverso controlli effettuati presso porti, dogane e frontiere, verifiche sui prodotti importati ed esportati, cooperazione con le autorità nazionali ed europee e attività ispettive nel commercio elettronico e nei mercati internazionali, contribuendo alla salvaguardia della qualità dei prodotti vitivinicoli e alla tutela del consumatore. [1]

Attività operativa	
Controlli totali (n.)	54.882
di cui, ispettivi (n.)	43.311
analitici (n.)	11.571
Operatori controllati (n.)	28.558
Operatori irregolari (%)	18,4
Prodotti controllati (n.)	54.180
Prodotti irregolari (%)	12,9
Determinazioni analitiche (n.)	259.351
Esiti analitici irregolari (%)	8,6

Figura 16: Principali indicatori dell'attività ICQRF-2024.

Fonte: ICQRF, Report attività, p. 76.

Risultati operativi	
Notizie di reato (n.)	161
Contestazioni amministrative (n.)	6.136
Sequestri (n.)	501
Valore dei sequestri (€)	22.765.919
Prodotti sequestrati (kg)	12.964.629
Diffide (n.)	3.847

Figura 17: Risultati operativi dell'attività di controllo ICQRF nel 2024.

Fonte: ICQRF, Report attività, p.76.

Tipologia irregolarità	Totale irregolarità
Obblighi pecuniari	2.588
Etichettatura	2.039
Obbligo dei registri	846
Norme di produzione	593
Pratiche sleali	549
Obblighi amministrativi	615
Qualità merceologica	452
Usurpazione, imitazione o evocazione di prodotti a IG	657
Altre*	264

(*) Tracciabilità, condotta ostativa, designazione dell'origine, confezionamento e presentazione, obblighi da parte degli OdC, altre violazioni.

Figura 18: Principali tipologie di irregolarità accertate dall'ICQRF nel 2024.

Fonte: ICQRF, Report attività, p.77.

1.6 Scopo della tesi

La presente tesi nasce dall'interesse verso le metodologie analitiche ufficiali impiegate nell'ambito dei controlli ufficiali dei prodotti vitivinicoli e dal loro ruolo nella verifica della conformità, dell'autenticità e del corretto impiego delle pratiche enologiche autorizzate.

L'obiettivo del lavoro è stato quello di approfondire l'applicazione integrata delle principali metodologie analitiche di routine e delle metodologie isotopiche avanzate attraverso lo studio di un campione vitivinicolo, sottoposto a verifica analitica durante le attività di controllo ufficiale, svolte presso il laboratorio ICQRF di Catania; ciò ha consentito di valutare la presenza di eventuali anomalie e correlare i risultati ottenuti con la normativa vitivinicola di riferimento.

2. L'ICQRF: ATTIVITÀ ANALITICA

L'attività analitica svolta dai laboratori dell'ICQRF costituisce uno degli strumenti fondamentali a supporto dei controlli ufficiali finalizzati alla verifica della conformità, dell'autenticità e della corretta applicazione della normativa nel settore agroalimentare e vitivinicolo.

Le attività analitiche svolte presso i laboratori ICQRF vengono eseguite nell'ambito di un sistema di gestione della qualità conforme alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2017. Tale norma definisce i requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e garantisce che tutte le fasi del processo analitico siano svolte secondo procedure documentate e standardizzate. In tale contesto, strumenti, reagenti, materiali di riferimento, metodologie analitiche e personale tecnico sono sottoposti a specifici requisiti di qualificazione, controllo e tracciabilità, finalizzati ad assicurare l'affidabilità, l'accuratezza e la riproducibilità dei risultati ottenuti. La qualità del dato analitico rappresenta infatti un elemento fondamentale nell'ambito dei controlli ufficiali, poiché costituisce la base tecnica per la successiva valutazione della conformità dei prodotti e per l'eventuale accertamento di violazioni della normativa vigente.

La norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2017 disciplina non soltanto gli aspetti tecnici relativi all'esecuzione delle prove, ma anche l'intero processo di gestione del dato analitico, dalla ricezione del campione fino all'emissione del rapporto di prova e alla relativa valutazione della conformità. [37]

Nell'ambito della rete ICQRF, il laboratorio di Catania svolge attività analitiche a supporto dei controlli ufficiali sui prodotti vitivinicoli, applicando metodologie ufficiali riconosciute a livello nazionale e internazionale. Come descritto nel Capitolo 1, tali attività si basano prevalentemente sui metodi ufficiali dell'OIV, adottati come riferimento per la determinazione dei principali parametri chimico-fisici e isotopici dei prodotti vitivinicoli.

L'attività analitica si sviluppa attraverso un percorso operativo strutturato che accompagna il campione lungo tutte le fasi del controllo ufficiale, dalla sua accettazione presso il laboratorio fino all'emissione del rapporto di prova e alla successiva valutazione degli esiti analitici. Ciascuna fase contribuisce alla produzione di risultati affidabili, tracciabili e tecnicamente validati, garantendo la conformità delle attività svolte ai requisiti del sistema qualità e alle finalità dei controlli ufficiali.

Come illustrato nella Figura 19, il percorso del campione all'interno del laboratorio si articola in una serie di fasi successive e tra loro strettamente correlate. Dopo l'accettazione e la registrazione del campione (Sample Acceptance), viene definito il protocollo analitico da applicare (Analytical Protocol) sulla base della matrice esaminata e delle finalità del controllo ufficiale. Segue quindi la fase di esecuzione delle analisi (Analysis), durante la quale vengono applicate le metodologie analitiche previste. I risultati ottenuti sono successivamente sottoposti a procedure di controllo e validazione (Data Control) e utilizzati per la valutazione della conformità del prodotto rispetto ai requisiti normativi applicabili (Compliance Assessment). Il processo prosegue con la redazione del rapporto di prova (Analytical Report) e, qualora vengano accertate irregolarità, con l'attivazione delle procedure previste nell'ambito delle attività di vigilanza e repressione delle frodi (Violations and Sanctions).

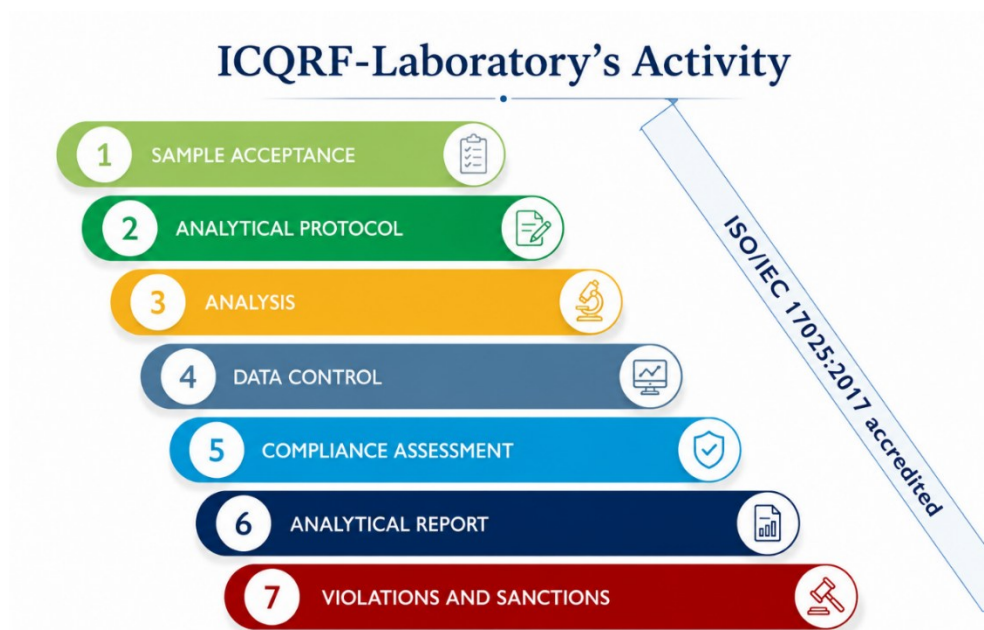


Figura 19: Flusso operativo delle attività analitiche svolte presso i laboratori ICQRF.

Fonte: Gambino L., materiale didattico relativo alle attività del laboratorio ICQRF di Catania, Università degli Studi di Trento.

2.1 Fasi dell'attività di laboratorio

2.1.1 Accettazione del campione

Nell'ambito delle attività svolte presso il laboratorio ICQRF di Catania, la fase di accettazione del campione rappresenta il primo passaggio del percorso analitico e ha lo scopo di garantire la corretta identificazione, tracciabilità e presa in carico della matrice da sottoporre alle successive determinazioni analitiche. I campioni conferiti al laboratorio derivano dalle attività ispettive e di controllo ufficiale svolte dagli uffici territoriali dell'ICQRF nell'ambito della vigilanza sul comparto vitivinicolo o da altri organi di controllo come carabinieri, guardia di finanza, previa autorizzazione dell'Amministrazione centrale; comprendono differenti tipologie di prodotti, tra cui vini imbottigliati e sfusi, mosti e altri prodotti derivati dalla vinificazione.

All'arrivo presso il laboratorio viene effettuata una verifica sull'integrità fisica del campione e della conformità alle disposizioni di legge per quanto concerne il numero di aliquote, quantitativo minimo, la temperatura di trasporto, della presenza ed integrità dei sigilli e degli specifici cartellini apposti al momento del prelievo ufficiale.

Prodotto	Normativa di riferimento	Quantitativo minimo aliquota	N° Aliquote	Tempi di consegna	Temperatura in arrivo	Temperatura di conservazione	Contenitori
Vino, mosto, MM, MC, MCR, Aceto, vino da agricoltura biologica	• DM 12/03/1986 • Circ. prot. n. 2069 del 1/6/87 • Circ. prot. n. 20643 del 22/10/88 • Circ. prot. n. 30743 del 17/7/90 • Circ. prot. n. 23211 del 6/10/06 • Art. 4 del DM 29/07/2004 • Reg. CE n. 2729/2000	Mosti e Vini: 1 L Aceti: 0,5 L	5	Bottiglie di vetro, perfettamente chiudibili, protette dalla luce solare (p.es. buste scure)	Ambiente per tutte le tipologie	• Vini sfusi e imbottigliati, MC, MCR, MM: temp. ambiente • Vini in fermentazione, vini destinati alla ricerca di pesticidi, mosti, alcol etilico e prodotti fermentescibili in contenitori di vetro: da 4 a 10 °C	Bottiglie di vetro, perfettamente chiudibili, protette dalla luce solare (p.es. buste scure)

Figura 20: Requisiti di accettazione, conservazione e gestione dei campioni vitivinicoli presso i laboratori ICQRF.

Fonte: elaborazione da Gambino G.L., Food Controls – ICQRF's Activity, materiale didattico Università di Trento, 2026.

Successivamente viene esaminata la documentazione di accompagnamento, costituita dal verbale di prelievo redatto dal personale ispettivo che ha effettuato il campionamento. Tale documento riporta le principali informazioni necessarie all'identificazione del campione, tra cui il numero del verbale, la tipologia del prodotto, il luogo di campionamento, il produttore e le modalità di prelievo adottate.

Completate le verifiche preliminari, il campione viene registrato nel sistema informatico gestionale del laboratorio mediante l'assegnazione di un codice identificativo univoco, che ne garantisce la completa tracciabilità lungo tutte le successive fasi del processo analitico. [37]

Nel corso dell'attività di tirocinio è stato possibile partecipare direttamente alle operazioni di accettazione dei campioni, osservando le procedure di verifica dell'integrità dei sigilli ministeriali, il controllo della documentazione di accompagnamento e la successiva registrazione delle aliquote destinate alle analisi di laboratorio.

2.1.2 Fasi del protocollo analitico

Successivamente alla fase di accettazione, per ciascun campione si procede con la definizione del protocollo analitico da applicare (Regolamento (UE) n. 1308/2013) e l'assegnazione delle determinazioni da eseguire, effettuata dal responsabile tecnico dell'unità analitica.

La scelta dei parametri da sottoporre a verifica viene effettuata tenendo conto della normativa vigente applicabile alla specifica matrice, delle indicazioni riportate in etichetta, della documentazione di accompagnamento e degli eventuali disciplinari di produzione nel caso di vini a denominazione di origine o a indicazione geografica. A tal fine vengono presi in considerazione i requisiti previsti dalla legislazione vitivinicola dell'Unione europea, dalla normativa nazionale e dalle specifiche tecniche relative alle diverse categorie di prodotti vitivinicoli.

La definizione del protocollo analitico si basa inoltre su una valutazione del rischio, effettuata tenendo conto della tipologia di prodotto, delle finalità del controllo ufficiale e delle possibili non conformità associate alla matrice in analisi. Tale approccio consente di individuare i parametri maggiormente significativi per orientare la scelta delle determinazioni analitiche da eseguire. Nel settore vitivinicolo, l'analisi del rischio può riguardare aspetti quali la corretta origine del prodotto, la conformità ai disciplinari di produzione, la veridicità delle informazioni riportate in etichetta e l'individuazione di eventuali pratiche enologiche non consentite. In tale contesto il laboratorio adotta Protocolli Analitici Standard (PAS), che consentono di uniformare le attività di controllo e di garantire un approccio analitico coerente con gli obiettivi dell'indagine.

Una volta definito il protocollo di prova, viene eseguita l'assegnazione delle determinazioni da eseguire, da parte del responsabile tecnico dell'unità analitica. Inizialmente, i prodotti vitivinicoli sono sottoposti a una fase di caratterizzazione mediante analisi chimico-fisiche di routine e metodologie di screening preliminare. I risultati così ottenuti permettono di acquisire informazioni sulla composizione del prodotto e di evidenziare eventuali anomalie o parametri che richiedono ulteriori approfondimenti mediante analisi più specifiche. [37]

2.1.3 Matrici vitivinicole analizzate

Nel corso del periodo di tirocinio svolto presso il laboratorio ICQRF di Catania sono stati sottoposti a controllo ufficiale mediamente circa 60 campioni settimanali appartenenti a differenti categorie di prodotti vitivinicoli. Le matrici analizzate comprendevano principalmente vini imbottigliati e sfusi, mosti, mosti concentrati e altri prodotti o

sottoprodotti derivanti dai processi di vinificazione.

I campioni conferiti al laboratorio provenivano dalle attività di controllo ufficiale svolte dagli uffici ispettivi dell'ICQRF nelle regioni Lazio, Abruzzo, Campania, Molise, Puglia, Basilicata, Calabria, Sicilia e Sardegna. I prelievi venivano effettuati presso differenti operatori della filiera vitivinicola, tra cui cantine, stabilimenti enologici, aziende vinicole, imbottigliatori, depositi commerciali e durante i controlli effettuati sui mezzi adibiti al trasporto dei prodotti vitivinicoli. [1]

Nell'ambito della rete nazionale dei laboratori ICQRF, il laboratorio di Catania rappresenta inoltre una struttura di riferimento per l'esecuzione delle analisi isotopiche applicate ai controlli ufficiali del settore vitivinicolo.

Durante il periodo vendemmiale, compreso tra agosto e settembre, particolare attenzione è stata dedicata alla raccolta e all'analisi dei mosti destinati alla Banca Dati Vitivinicola (BDV), sistema ufficiale utilizzato per la costruzione delle banche dati isotopiche di riferimento impiegate nelle verifiche di autenticità e origine geografica dei prodotti vitivinicoli.

2.2 Metodi di analisi

Nell'ambito dei controlli ufficiali disciplinati dal Regolamento (UE) 2017/625, i laboratori ufficiali impiegano metodologie analitiche idonee a garantire l'affidabilità, l'accuratezza e la validità dei risultati prodotti. Le determinazioni effettuate possono essere distinte in metodologie di screening e metodologie ufficiali di conferma, utilizzate con finalità differenti nell'ambito del processo analitico.

Le metodologie di screening consentono di ottenere rapidamente informazioni preliminari sulla composizione del campione e rappresentano uno strumento utile per orientare le successive attività analitiche. Tali metodologie, pur garantendo elevate prestazioni analitiche, non costituiscono generalmente metodi ufficiali di riferimento ai fini dell'accertamento della conformità.

Le metodologie ufficiali sono quelle riconosciute dalla normativa di settore e dagli organismi internazionali di riferimento, tra cui l'OIV, e rappresentano il riferimento per la determinazione dei principali parametri analitici dei prodotti vitivinicoli. I risultati ottenuti consentono di valutare la conformità del prodotto rispetto ai requisiti previsti dalla normativa vigente e costituiscono il supporto tecnico alle successive attività di controllo.

Nel corso dell'attività di tirocinio svolta presso il laboratorio ICQRF di Catania, le analisi effettuate sui campioni vitivinicoli hanno compreso sia determinazioni preliminari di screening sia metodologie ufficiali di conferma. Le analisi di screening sono rappresentate principalmente dalle determinazioni multiparametriche mediante tecnica FT-IR, mentre le metodologie ufficiali riguardano la determinazione dei principali parametri chimico-fisici, quali titolo alcolometrico volumico, estratto secco, acidità totale, acidità volatile, anidride solforosa e metanolo, oltre alle metodologie isotopiche applicate alla verifica dell'autenticità e della conformità dei prodotti vitivinicoli.

Nei paragrafi successivi vengono pertanto descritte le principali metodologie applicate presso il laboratorio, distinguendo tra determinazioni chimico-fisiche di routine, analisi isotopiche e metodologie di screening.

2.2.1 Metodi di analisi applicate al settore vitivinicolo

Nell'ambito dei controlli ufficiali sui prodotti vitivinicoli, le attività analitiche sono finalizzate alla verifica della conformità dei prodotti ai requisiti previsti dalla normativa di settore. Come descritto nel Capitolo 1, il Regolamento (UE) n. 1308/2013 definisce le principali categorie di prodotti vitivinicoli e i requisiti che ne disciplinano la produzione e la commercializzazione. La verifica di tali requisiti viene effettuata mediante l'applicazione di metodologie analitiche riconosciute a livello nazionale e internazionale, in grado di fornire informazioni sulla composizione, sulla qualità e sull'autenticità del prodotto.

Le metodologie applicate nel settore vitivinicolo possono essere distinte in ulteriori due principali categorie: determinazioni chimico-fisiche di routine e analisi isotopiche avanzate.

Le determinazioni di routine consentono di caratterizzare la composizione del prodotto attraverso la misura dei principali parametri chimico-fisici previsti dalla normativa vitivinicola. Tali analisi comprendono, tra gli altri, il titolo alcolometrico volumico, l'estratto secco, l'acidità totale, l'acidità volatile, l'anidride solforosa e il metanolo, e rappresentano il primo livello di verifica della conformità del prodotto.

Le metodologie isotopiche costituiscono strumenti analitici avanzati impiegati principalmente nell'ambito di approfondimenti analitici mirati e nei casi in cui sia necessario acquisire ulteriori elementi per la verifica dell'autenticità, dell'origine geografica o della corretta applicazione delle pratiche enologiche. Rispetto alle determinazioni chimico-fisiche di routine, tali analisi richiedono strumentazioni altamente specializzate e vengono generalmente applicate a un numero più limitato di campioni, selezionati sulla base delle finalità del

controllo ufficiale, delle evidenze emerse dalle analisi preliminari o di specifiche esigenze ispettive. In particolare, tali metodologie trovano applicazione nei casi in cui sia necessario verificare possibili pratiche fraudolente, quali l'aggiunta di zuccheri esogeni, l'annacquamento o la non corretta dichiarazione dell'origine geografica del prodotto. Le informazioni fornite dalle metodologie isotopiche rappresentano pertanto un importante supporto nelle attività di contrasto alle frodi nel settore vitivinicolo.

Nei paragrafi successivi vengono descritte le principali analisi chimico-fisiche di routine e isotopiche.

2.2.1.1 Titolo Alcolometrico Volumico (TAV)

Il titolo alcolometrico volumico (TAV) rappresenta la percentuale in volume di etanolo contenuta in un prodotto vitivinicolo ed è uno dei principali parametri utilizzati per la classificazione e il controllo dei vini. Esso riveste un ruolo fondamentale nell'ambito dei controlli ufficiali, poiché consente di verificare la conformità del prodotto ai requisiti normativi e la corrispondenza tra il contenuto alcolico effettivo e quello dichiarato in etichetta. Il TAV deriva dal processo di fermentazione alcolica, durante il quale gli zuccheri fermentescibili vengono convertiti in etanolo e anidride carbonica ad opera dei lieviti. In condizioni reali di vinificazione, tuttavia, la resa risulta inferiore a quella teorica poiché una parte degli zuccheri viene utilizzata per la formazione di biomassa microbica e di metaboliti secondari.

La determinazione del titolo alcolometrico volumico è disciplinata dai metodi ufficiali dell'OIV, in particolare dal metodo OIV-MA-AS312-01:R2021, richiamato anche dal Regolamento (UE) 2019/934 relativo ai metodi di analisi dei prodotti vitivinicoli. La definizione e le modalità di espressione del parametro sono inoltre riportate nel Regolamento (UE) n. 1308/2013. Nell'ambito dei controlli ufficiali, il TAV costituisce uno dei principali parametri di conformità, poiché consente di verificare il rispetto dei requisiti previsti dalla normativa e dagli eventuali disciplinari di produzione. Ai fini dell'etichettatura, il Regolamento (UE) 2019/33, art. 44, stabilisce che la differenza tra il titolo alcolometrico dichiarato e quello determinato analiticamente non debba superare $\pm 0,5$ % vol.; per alcune categorie di prodotti vitivinicoli, tra cui vini DOP e IGP imbottigliati da oltre tre anni, vini spumanti, vini frizzanti, vini liquorosi e vini ottenuti da uve stramature, la tolleranza ammessa è pari a $\pm 0,8$ % vol. [38]

Il metodo ufficiale si basa sulla separazione dell'etanolo dalla matrice mediante distillazione e sulla successiva determinazione della densità del distillato ottenuto. La misura densimetrica consente di determinare indirettamente il contenuto di etanolo, poiché esiste una relazione univoca tra densità e concentrazione alcolica: all'aumentare della concentrazione di etanolo diminuisce la densità della soluzione, in quanto l'etanolo presenta una densità inferiore rispetto all'acqua. Il valore di densità misurato viene successivamente convertito nel corrispondente titolo alcolometrico volumico mediante le tabelle ufficiali previste dal metodo.

Il TAV corrisponde al numero di litri di etanolo contenuti in 100 litri di soluzione idroalcolica avente la stessa densità, determinati alla temperatura di riferimento di 20 °C.

Per la determinazione del titolo alcolometrico volumico secondo il metodo OIV-MA-AS312-01: R2021, il campione viene sottoposto a distillazione utilizzando acqua di tipo II per uso analitico. Durante questa fase viene impiegata una sospensione di idrossido di calcio al 12% m/v (latte di calcio), con la funzione di trattenere nel pallone di distillazione acidi organici e altri composti potenzialmente interferenti, limitandone il trascinarsi nel distillato e favorendo una corretta separazione dell'etanolo. Vengono inoltre utilizzati agenti antischiumogeni al fine di garantire la regolarità dell'ebollizione durante il processo distillativo. La successiva misura della densità viene effettuata mediante densimetria elettronica a tubo oscillante, utilizzando soluzioni idroalcoliche di riferimento e materiali di controllo qualità conformi ai protocolli adottati dal laboratorio.

Presso il laboratorio ICQRF di Catania la determinazione del titolo alcolometrico volumico viene effettuata mediante un sistema costituito da un distillatore automatico Super D.E.E. (Gibertini), impiegato per l'ottenimento del distillato, e da un sistema Alcolyzer Wine associato a densimetro elettronico DMA 4500 (Anton Paar) per la successiva determinazione densimetrica.

Il distillatore automatico Super D.E.E. opera mediante distillazione in corrente di vapore, consentendo la separazione selettiva dell'etanolo e delle altre sostanze volatili dalla matrice vitivinicola. Il sistema garantisce il recupero controllato del distillato e riduce il rischio di perdite di alcol durante la fase di preparazione del campione, assicurando condizioni operative standardizzate e riproducibili.

Il distillato ottenuto viene successivamente analizzato mediante il sistema Alcolyzer Wine, strumento basato sulla spettroscopia nel vicino infrarosso (NIR), progettato per la determinazione rapida dei principali parametri enologici. Nell'ambito della determinazione del titolo alcolometrico volumico, l'Alcolyzer opera in combinazione con il densimetro elettronico

DMA 4500, integrando le informazioni spettroscopiche con la misura densimetrica del campione.

Il principio di funzionamento del densimetro DMA 4500 si basa sulla misura della frequenza di oscillazione di un tubo a U riempito con il campione. Tale frequenza risulta direttamente correlata alla densità della soluzione e viene rilevata in condizioni di temperatura rigorosamente controllata.

Il valore di densità ottenuto viene quindi convertito nel corrispondente titolo alcolometrico volumico mediante le tabelle ufficiali di riferimento.



(A)
Super D.E.E.
(Gibertini)



(B)
Alcolyzer Wine
(Anton Paar)



(C)
DMA 4500
(Anton Paar)

Figura 20: Strumentazione impiegata presso il laboratorio ICQRF di Catania per la determinazione del titolo alcolometrico volumico (TAV) mediante metodo ufficiale OIV. Da sinistra a destra: **(A)** distillatore automatico Super D.E.E. (Gibertini); **(B)** sistema Alcolyzer Wine (Anton Paar); **(C)** densimetro elettronico DMA 4500 (Anton Paar).

Fonte: Gibertini Elettronica (Super D.E.E.) e Anton Paar (Alcolyzer Wine e densimetro DMA 4500); elaborazione propria.

La misura viene effettuata in condizioni di temperatura rigorosamente controllata, poiché anche minime variazioni termiche possono influenzare il valore di densità rilevato e, di conseguenza, il titolo alcolometrico calcolato.

La metodica è stata validata a livello internazionale mediante studi collaborativi interlaboratorio che ne hanno confermato accuratezza, precisione e riproducibilità, rendendola idonea all'impiego nell'ambito dei controlli ufficiali sui prodotti vitivinicoli.

Nel corso dell'attività sperimentale è stato possibile partecipare direttamente all'esecuzione della determinazione del titolo alcolometrico volumico mediante applicazione del metodo ufficiale OIV, utilizzato in particolare come analisi di conferma nei casi in cui i risultati ottenuti mediante screening preliminare FT-IR evidenziavano possibili anomalie o discrepanze rispetto ai valori dichiarati.

La procedura prevede il prelievo di 100 mL di campione, precedentemente misurati in matraccio tarato e successivamente trasferiti nel distillatore automatico Oenochémic Gibertini. Il matraccio viene quindi risciacquato con acqua distillata al fine di garantire il completo trasferimento del campione all'interno del sistema di distillazione. Successivamente venivano aggiunti 3 mL di sospensione di idrossido di calcio (latte di calcio) e alcune gocce di agente antischiumogeno per favorire il corretto svolgimento della distillazione.

Al termine della distillazione vengono recuperati circa 80 mL di distillato, successivamente sottoposti alla determinazione densimetrica mediante sistema Alcolyzer Wine associato a densimetro elettronico DMA 4500.

I risultati ottenuti mediante il metodo ufficiale costituiscono il dato analitico di riferimento per le successive attività di verifica, validazione e valutazione della conformità del campione. Il titolo alcolometrico volumico viene infine espresso come percentuale in volume (% vol.) di etanolo alla temperatura di riferimento di 20 °C, secondo quanto previsto dai metodi ufficiali di analisi. [38]

2.2.1.2 Estratto secco totale

L'estratto secco totale rappresenta la quantità complessiva di sostanze non volatili presenti in un vino, espressa in grammi per litro (g/L). Esso comprende un insieme eterogeneo di composti, tra cui zuccheri residui, acidi organici, sali minerali, polifenoli e altre sostanze disciolte che contribuiscono alla struttura, alla composizione e alle caratteristiche sensoriali del prodotto.

Dal punto di vista enologico e analitico, l'estratto secco totale costituisce un parametro di particolare interesse poiché fornisce informazioni sulla composizione del vino. Valori più elevati sono generalmente associati a vini maggiormente strutturati e complessi, mentre valori inferiori caratterizzano prodotti più leggeri. Nell'ambito dei controlli ufficiali il parametro

viene utilizzato come elemento di verifica della coerenza del profilo analitico del campione e come supporto nella valutazione della conformità del prodotto.

La determinazione dell'estratto secco totale è disciplinata dal metodo ufficiale OIV-MA-AS2-03B:R2012, richiamato dal Regolamento (UE) 2019/934 relativo ai metodi di analisi applicabili ai prodotti vitivinicoli. Il parametro trova inoltre applicazione nelle attività di controllo ufficiale e nei processi di verifica dell'autenticità e della conformità dei vini.

L'estratto secco viene convenzionalmente espresso come la quantità di saccarosio che, disciolta in acqua e portata ad un volume finale di un litro, genera una soluzione avente la stessa densità del vino privo di alcol. Tale approccio consente di ottenere risultati standardizzati e confrontabili tra laboratori.

Ai fini della determinazione dell'estratto secco totale secondo il metodo ufficiale OIV-MA-AS2-03B:R2012, risultano necessari i valori di densità e di titolo alcolometrico volumico del campione. Le misure densimetriche vengono effettuate utilizzando acqua distillata per le operazioni di taratura e controllo strumentale, mentre i valori necessari al calcolo vengono acquisiti mediante strumentazione conforme ai requisiti previsti dai metodi ufficiali.

Il principio del metodo si basa sulla determinazione indiretta dell'estratto secco totale a partire dalla densità del vino e dal relativo titolo alcolometrico volumico. Poiché la presenza di etanolo influenza significativamente la densità del campione, il metodo richiede il calcolo della densità del cosiddetto "vino privo di alcol" (alcohol-free wine), ottenuta correggendo matematicamente la densità misurata per il contributo dell'alcol presente. [39]

Il calcolo prevede innanzitutto la determinazione della densità del vino privo di alcol mediante la relazione prevista dal metodo ufficiale:

$$d_r = d_v - d_a + 1,000$$

Eq. 1

dove

d_r = densità del vino privo di alcol;

d_v = densità del vino tal quale;

d_a = densità della soluzione idroalcolica avente lo stesso titolo alcolometrico del campione.

Tale correzione consente di eliminare matematicamente l'influenza dell'etanolo sulla densità del vino, permettendo di valutare esclusivamente il contributo delle sostanze non volatili che costituiscono l'estratto secco totale. Una volta ottenuta la densità del vino privo di alcol, il valore viene convertito nel corrispondente contenuto di estratto secco totale mediante consultazione delle tabelle ufficiali OIV di conversione densità/estratto.

Le tabelle ufficiali OIV consentono di convertire la densità del vino privo di alcol nel corrispondente contenuto di estratto secco totale espresso in g/L.

TABLE I
For the calculation of the total dry extract content (g/L)

Density to 2 decimal places	3 rd decimal place									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Extract g/L									
1.00	0	2.6	5.1	7.7	10.3	12.9	15.4	18.0	20.6	23.2
1.01	25.8	28.4	31.0	33.6	36.2	38.8	41.3	43.9	46.5	49.1
1.02	51.7	54.3	56.9	59.5	62.1	64.7	67.3	69.9	72.5	75.1
1.03	77.7	80.3	82.9	85.5	88.1	90.7	93.3	95.9	98.5	101.1
1.04	103.7	106.3	109.0	111.6	114.2	116.8	119.4	122.0	124.6	127.2
1.05	129.8	132.4	135.0	137.6	140.3	142.9	145.5	148.1	150.7	153.3
1.06	155.9	158.6	161.2	163.8	166.4	169.0	171.6	174.3	176.9	179.5
1.07	182.1	184.8	187.4	190.0	192.6	195.2	197.8	200.5	203.1	205.8
1.08	208.4	211.0	213.6	216.2	218.9	221.5	224.1	226.8	229.4	232.0
1.09	234.7	237.3	239.9	242.5	245.2	247.8	250.4	253.1	255.7	258.4
1.10	261.0	263.6	266.3	268.9	271.5	274.2	276.8	279.5	282.1	284.8
1.11	287.4	290.0	292.7	295.3	298.0	300.6	303.3	305.9	308.6	311.2
1.12	313.9	316.5	319.2	321.8	324.5	327.1	329.8	332.4	335.1	337.8
1.13	340.4	343.0	345.7	348.3	351.0	353.7	356.3	359.0	361.6	364.3
1.14	366.9	369.6	372.3	375.0	377.6	380.3	382.9	385.6	388.3	390.9
1.15	393.6	396.2	398.9	401.6	404.3	406.9	409.6	412.3	415.0	417.6
1.16	420.3	423.0	425.7	428.3	431.0	433.7	436.4	439.0	441.7	444.4
1.17	447.1	449.8	452.4	455.2	457.8	460.5	463.2	465.9	468.6	471.3
1.18	473.9	476.6	479.3	482.0	484.7	487.4	490.1	492.8	495.5	498.2
1.19	500.9	503.5	506.2	508.9	511.6	514.3	517.0	519.7	522.4	525.1
1.20	527.8	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabella 1: Tabella di conversione della densità relativa del vino dealcolizzato in estratto secco totale (g/L) secondo il metodo OIV-MA-AS2-03B:R2012.

Fonte: elaborazione da OIV, Compendium of International Methods of Analysis of Wines and Musts, metodo OIV-MA-AS2-03B:R2012, Total Dry Matter (Densimetry), 2012.

INTERPOLATION TABLE

4 th decimal place	Extract g/L	4 th decimal place	Extract g/L	4 th decimal place	Extract g/L
1	0.3	4	1.0	7	1.8
2	0.5	5	1.3	8	2.1
3	0.8	6	1.6	9	2.3

Tabella 2: Valori di interpolazione per il calcolo dell'estratto secco totale secondo il metodo OIV-MA-AS2-03B:R2012.

Fonte: elaborazione da OIV, Compendium of International Methods of Analysis of Wines and Musts, metodo OIV-MA-AS2-03B:R2012, Interpolation Table, 2012.

A titolo esemplificativo, per una densità del vino privo di alcol pari a 1,0125, il valore dell'estratto secco totale viene ottenuto consultando la tabella ufficiale OIV. In corrispondenza della riga relativa alla densità 1,01 e della colonna associata alla terza cifra decimale pari a 2, la tabella riporta un valore di 31,0 g/L. Successivamente viene considerata la quarta cifra decimale (5), alla quale la tabella di interpolazione associa una correzione di 1,3 g/L. Il valore finale dell'estratto secco totale risulta pertanto pari a 32,3 g/L.

Nel corso dell'attività sperimentale svolta presso il laboratorio ICQRF di Catania è stato possibile partecipare alla determinazione dell'estratto secco totale su numerosi campioni appartenenti al settore vitivinicolo, comprendenti vini bianchi, rossi, rosati e spumanti, sia imbottigliati sia sfusi. La determinazione mediante metodo ufficiale viene effettuata utilizzando i valori di densità ottenuti dal campione tal quale e dal corrispondente distillato.

I dati acquisiti mediante sistema Alcolyzer Wine associato a densimetro elettronico DMA 4500 vengono successivamente elaborati mediante il foglio di calcolo interno adottato dal laboratorio per la determinazione dell'estratto secco totale. Il valore ottenuto viene successivamente interpretato congiuntamente agli altri parametri chimico-fisici del campione nell'ambito della valutazione complessiva del profilo analitico del prodotto. [39]

2.2.1.3 Acidità volatile

L'acidità volatile rappresenta la frazione degli acidi organici presenti nel vino che possono essere separati mediante distillazione ed è generalmente espressa in grammi per litro (g/L) di acido acetico. Essa comprende principalmente l'acido acetico, oltre a piccole quantità di altri acidi volatili appartenenti prevalentemente alla serie acetica, presenti sia in forma libera sia combinata sotto forma di sali.

Dal punto di vista enologico e analitico, l'acidità volatile costituisce uno dei principali indicatori dello stato di conservazione e della qualità del vino. Valori contenuti rientrano nella normale evoluzione del prodotto, mentre concentrazioni elevate possono essere associate a fenomeni di alterazione microbiologica, in particolare allo sviluppo di batteri acetici responsabili dell'ossidazione dell'etanolo ad acido acetico. Per tale motivo, la determinazione dell'acidità volatile riveste particolare importanza nell'ambito dei controlli ufficiali dei prodotti vitivinicoli e viene frequentemente utilizzata come parametro di approfondimento per la valutazione di eventuali anomalie riscontrate durante le attività di screening preliminare.

La determinazione dell'acidità volatile è disciplinata dal metodo ufficiale OIV-MA-AS313-02:R2015. Il parametro trova applicazione sia nella verifica della conformità normativa sia nella valutazione dello stato di conservazione del prodotto.

Ai fini della conformità normativa, il Regolamento Delegato (UE) 2019/934 stabilisce che il contenuto di acidità volatile non debba superare 18 milliequivalenti per litro (1,08 g/L espressi come acido acetico) per i vini bianchi e rosati e 20 milliequivalenti per litro (1,20 g/L espressi come acido acetico) per i vini rossi. Sono tuttavia previste specifiche deroghe per alcune categorie di prodotti vitivinicoli sottoposti a particolari processi di elaborazione o invecchiamento.

Il principio del metodo ufficiale OIV-MA-AS313-02:R2015 si basa sulla separazione degli acidi volatili mediante distillazione in corrente di vapore, previa eliminazione dell'anidride carbonica disciolta nel campione. Gli acidi volatili trasferiti nel distillato vengono successivamente quantificati mediante titolazione con soluzione standardizzata di idrossido di sodio. Al fine di garantire l'accuratezza della misura, il metodo prevede l'applicazione di eventuali correzioni dovute alla presenza di anidride solforosa e acido sorbico, sostanze che possono co-distillare insieme agli acidi volatili determinando una sovrastima del parametro. Il risultato finale viene espresso in grammi per litro (g/L) di acido acetico.

Per la determinazione dell'acidità volatile secondo il metodo ufficiale OIV-MA-AS313-02:R2015 vengono impiegati reagenti necessari alle fasi di distillazione, titolazione e

correzione delle possibili interferenze analitiche. Tra i principali reagenti utilizzati rientrano acido tartarico cristallino, soluzione standardizzata di idrossido di sodio 0,1 M, fenolftaleina all'1% in alcol neutro al 96%, acido cloridrico diluito, soluzione iodometrica 0,005 M, ioduro di potassio, soluzione di amido 5 g/L e soluzione satura di tetraborato di sodio.

Per la verifica delle prestazioni del sistema di distillazione vengono inoltre utilizzate soluzioni standard di acido acetico 0,1 M e acido lattico 0,1 M.

La determinazione dell'acidità volatile richiede un sistema di distillazione in corrente di vapore costituito da un generatore di vapore privo di anidride carbonica, un pallone di distillazione, una colonna di distillazione e un condensatore per la raccolta del distillato. Completano l'apparecchiatura la strumentazione necessaria per l'eliminazione dell'anidride carbonica disciolta nel campione e il sistema utilizzato per la successiva titolazione del distillato con soluzione standardizzata di idrossido di sodio.

Nel corso dell'attività sperimentale svolta presso il laboratorio ICQRF di Catania, la determinazione dell'acidità volatile è stata eseguita su numerosi campioni vitivinicoli.

La procedura analitica viene eseguita mediante distillazione in corrente di vapore utilizzando il distillatore automatico Super D.E.E. Gibertini. Prima della determinazione, il campione veniva sottoposto a degasazione per l'eliminazione dell'anidride carbonica disciolta, come previsto dal metodo ufficiale. Successivamente, 20 mL di vino vengono introdotti nel pallone di distillazione e addizionati con circa 0,5 g di acido tartarico cristallino.

Durante la distillazione in corrente di vapore gli acidi volatili vengono separati dalla matrice e trasferiti nel distillato, del quale vengono raccolti almeno 250 mL. Il distillato ottenuto viene quindi sottoposto a titolazione con soluzione standardizzata di idrossido di sodio 0,1 M in presenza di fenolftaleina come indicatore. Il punto finale della titolazione viene individuato mediante la comparsa di una colorazione rosa persistente. [40]

Poiché durante la distillazione in corrente di vapore una parte dell'anidride solforosa presente nel vino può co-distillare insieme agli acidi volatili, il metodo ufficiale prevede la determinazione separata della SO₂ libera e combinata. Tale correzione risulta necessaria per evitare una sovrastima dell'acidità volatile, in quanto anche l'anidride solforosa contribuisce al consumo della soluzione titolante durante la determinazione acidimetrica del distillato. La determinazione della SO₂ consente pertanto di sottrarne il contributo dal valore misurato e di ottenere il contenuto effettivo di acidità volatile espresso come acido acetico. Il valore finale dell'acidità volatile viene quindi calcolato applicando le correzioni previste dal metodo ufficiale OIV-MA-AS313-02: R2015 ed espresso in grammi per litro (g/L) di acido acetico.

2.2.1.4 Acidità totale

L'acidità totale rappresenta la quantità complessiva degli acidi titolabili presenti nel vino ed è generalmente espressa in grammi per litro (g/L) di acido tartarico, considerato il principale acido organico di riferimento in ambito enologico. Per acidi titolabili si intendono gli acidi che possono reagire con una soluzione alcalina standard durante una titolazione fino al raggiungimento di uno specifico valore di pH.

Dal punto di vista enologico, l'acidità totale contribuisce all'equilibrio gustativo, alla freschezza e alla stabilità microbiologica del vino.

Il contenuto acido influenza, inoltre, le caratteristiche sensoriali del prodotto, la sua conservabilità e l'equilibrio complessivo della matrice. In generale, vini bianchi e spumanti presentano valori di acidità totale mediamente più elevati rispetto ai vini rossi, mentre nei vini molto maturi o sottoposti a lunghi periodi di affinamento si può osservare una progressiva diminuzione dell'acidità.

Nell'ambito dei controlli ufficiali dei prodotti vitivinicoli, la determinazione dell'acidità totale costituisce un importante parametro di conformità e di valutazione dell'equilibrio acido della matrice.

Nell'ambito delle attività di controllo ufficiale, l'approfondimento analitico viene generalmente disposto in presenza di valori anomali emersi durante la fase di screening preliminare mediante spettroscopia FT-IR, in particolare quando il rapporto tra acidità totale e pH risulta non coerente o quando i valori osservati si discostano da quelli attesi per la specifica tipologia di prodotto in esame.

La determinazione dell'acidità totale è disciplinata dal metodo ufficiale OIV-MA-AS313-01:R2015.

Ai sensi dell'Allegato VII, Parte II, del Regolamento (UE) n. 1308/2013, l'acidità totale dei vini non deve essere inferiore a 3,5 g/L espressi come acido tartarico, equivalenti a 46,6 milliequivalenti per litro. La verifica di tale requisito rientra tra i controlli ufficiali finalizzati alla valutazione della conformità dei prodotti vitivinicoli.

Per la determinazione dell'acidità totale secondo il metodo ufficiale OIV-MA-AS313-01:R2015 vengono impiegati una soluzione standardizzata di idrossido di sodio 0,1 M, una soluzione tampone a pH 7,0 per la taratura del pHmetro e acqua distillata priva di anidride carbonica per la preparazione del campione. Nel caso della titolazione con indicatore colorimetrico, il metodo prevede inoltre l'utilizzo di una soluzione di blu di bromotimolo 4 g/L preparata in alcol neutro al 96%.

Il principio del metodo si basa sulla titolazione degli acidi presenti nel vino mediante una soluzione standardizzata di idrossido di sodio fino al raggiungimento di pH 7,0, valore convenzionalmente considerato come punto finale della neutralizzazione degli acidi titolabili. Durante la titolazione, gli acidi presenti nel campione reagiscono progressivamente con la soluzione alcalina; di conseguenza, maggiore risulta il contenuto di acidi nel vino, maggiore sarà il volume di idrossido di sodio necessario per raggiungere il punto finale della titolazione. La determinazione può essere effettuata mediante titolazione potenziometrica con pHmetro oppure mediante titolazione con indicatore colorimetrico utilizzando blu di bromotimolo per evidenziare il punto finale della reazione. Prima dell'analisi, il campione viene preventivamente degasato al fine di eliminare l'anidride carbonica disciolta, la cui presenza potrebbe interferire con la titolazione e influenzare il valore finale dell'acidità misurata.

Secondo il metodo OIV-MA-AS313-01:R2015, la determinazione dell'acidità totale richiede l'impiego di una pompa per vuoto ad acqua e di una beuta da vuoto per il degasaggio del campione, di un pHmetro dotato di elettrodo di vetro calibrato a pH 7,0 e della vetreria necessaria per la titolazione. La quantificazione degli acidi titolabili viene effettuata mediante titolazione potenziometrica con soluzione standardizzata di idrossido di sodio, monitorando la variazione del pH.

Nel corso dell'attività svolta presso il laboratorio ICQRF di Catania è stata effettuata la determinazione dell'acidità totale su numerosi campioni appartenenti al settore vitivinicolo.

L'analisi veniva eseguita secondo il metodo ufficiale mediante titolazione potenziometrica. Le determinazioni venivano effettuate nell'ambito delle attività di controllo ufficiale e contribuivano alla caratterizzazione chimico-fisica del campione e alla verifica della conformità del prodotto ai requisiti normativi vigenti. Il valore ottenuto, espresso in grammi per litro di acido tartarico, viene successivamente interpretato insieme agli altri parametri analitici acquisiti durante lo screening preliminare. [41]

2.2.1.5 Anidride solforosa

L'anidride solforosa (SO_2) rappresenta uno dei principali additivi impiegati in enologia grazie alle sue proprietà antiossidanti, antiossidasiche e antimicrobiche. La sua presenza contribuisce alla protezione del vino dai fenomeni di ossidazione, alla stabilità microbiologica e al mantenimento delle caratteristiche chimico-fisiche e sensoriali del prodotto durante le fasi di conservazione e commercializzazione.

Dal punto di vista analitico, l'anidride solforosa presente nel vino può trovarsi in forma libera oppure combinata con diversi componenti della matrice, quali aldeidi, zuccheri e composti fenolici. La frazione libera comprende le forme biologicamente attive responsabili dell'azione conservante, mentre la frazione combinata costituisce una quota temporaneamente legata ad altri composti. L'anidride solforosa totale corrisponde alla somma delle due frazioni e rappresenta il parametro normalmente considerato ai fini della verifica della conformità normativa.

Nell'ambito dei controlli ufficiali dei prodotti vitivinicoli, la determinazione dell'anidride solforosa riveste particolare importanza per la verifica del corretto impiego delle pratiche di solfitazione e per il controllo del rispetto dei limiti legislativi previsti per le diverse categorie di prodotto. La quantificazione della SO₂ totale consente inoltre di verificare la conformità delle informazioni riportate in etichetta e l'obbligo di dichiarazione della presenza di solfiti nei casi previsti dalla normativa vigente.

La normativa europea prevede limiti massimi differenti in funzione della categoria del prodotto e del contenuto zuccherino. In particolare, il Regolamento (UE) 2019/934 stabilisce un contenuto massimo di anidride solforosa totale pari a 150 mg/L per i vini rossi e 200 mg/L per i vini bianchi e rosati. Per i vini aventi un contenuto di zuccheri, espresso come somma di glucosio e fruttosio, pari o superiore a 5 g/L, tali limiti sono elevati rispettivamente a 200 mg/L per i vini rossi e a 250 mg/L per i vini bianchi e rosati. Per i vini spumanti di qualità il limite massimo consentito è pari a 185 mg/L, mentre per gli altri vini spumanti il limite è fissato a 235 mg/L. Inoltre, ai sensi del Regolamento (UE) n. 1169/2011, la dicitura "contiene solfiti" deve essere riportata in etichetta quando il contenuto di anidride solforosa supera 10 mg/L.

Per la determinazione dell'anidride solforosa secondo il metodo ufficiale OIV-MA-AS323-04B:R2009 vengono impiegati EDTA sale bisodico, soluzione di idrossido di sodio 4 M, soluzione di acido solforico al 10%, soluzione di amido 5 g/L utilizzata come indicatore e soluzione standardizzata di iodio 0,025 M impiegata come titolante.

Per la determinazione dell'anidride solforosa libera, in una beuta da 500 mL vengono introdotti 50 mL di campione, 5 mL di soluzione di amido 5 g/L, 30 mg di EDTA e 3 mL di soluzione di acido solforico al 10%. Il campione viene quindi titolato immediatamente con soluzione standardizzata di iodio 0,025 M fino alla comparsa di una colorazione blu persistente per circa 10-15 secondi, corrispondente al punto finale della titolazione.

Successivamente si procede alla determinazione della frazione combinata dell'anidride solforosa mediante due successivi trattamenti alcalini con soluzione di idrossido di sodio 4 M.

Dopo la prima fase di liberazione della SO₂ combinata, il campione viene acidificato con 10 mL di acido solforico al 10% e sottoposto a titolazione iodometrica, ottenendo il volume di iodio corrispondente a n'. Una seconda aliquota della frazione combinata viene successivamente liberata mediante aggiunta di 20 mL di NaOH 4 M, diluizione con 200 mL di acqua molto fredda e successiva acidificazione con 30 mL di acido solforico al 10%, seguita da una ulteriore titolazione iodometrica che consente di ottenere il valore n''.

I volumi registrati nelle tre fasi della determinazione (n, n' e n'') vengono quindi utilizzati per il calcolo dell'anidride solforosa totale secondo la relazione prevista dal metodo ufficiale.

L'anidride solforosa libera e totale vengono determinate secondo le relazioni previste dal metodo ufficiale OIV-MA-AS323-04B:R2009:

$$\text{SO}_2 \text{ libera} = 32 \cdot n$$

Eq.2

dove:

n = volume (mL) di soluzione iodometrica 0,025 M impiegato per la determinazione dell'anidride solforosa libera.

Per la determinazione dell'anidride solforosa totale si applica invece la seguente relazione:

$$\text{SO}_2 \text{ totale} = 32 \cdot (n + n' + n'')$$

Eq.3

dove:

n = volume (mL) di soluzione iodometrica utilizzato per la determinazione della frazione libera;

n' = volume (mL) di soluzione iodometrica consumato nella prima fase di determinazione della frazione combinata;

n'' = volume (mL) di soluzione iodometrica consumato nella seconda fase di determinazione della frazione combinata.

Il coefficiente 32 consente di convertire direttamente il volume di soluzione iodometrica consumato nel corrispondente contenuto di anidride solforosa espresso in mg/L. Nel corso dell'attività svolta presso il laboratorio ICQRF di Catania è stata effettuata la determinazione dell'anidride solforosa libera e totale su numerosi campioni appartenenti al settore vitivinicolo. I risultati, espressi in mg/L di SO₂, vengono quindi confrontati con i limiti normativi applicabili alla specifica categoria di prodotto vitivinicolo analizzato e valutati nell'ambito della verifica della conformità del campione. In caso di non conformità l'analisi viene effettuata con il metodo OIV-MA-A323-04A2: R2021. [42,43]

2.2.1.6 Metanolo

Il metanolo rappresenta uno dei principali alcoli secondari naturalmente presenti nei prodotti vitivinicoli. La sua formazione è legata principalmente alla degradazione delle sostanze pectiniche presenti nelle bucce e nelle parti solide dell'acino, ad opera di enzimi pectolitici attivi durante i processi di fermentazione e macerazione.

La concentrazione di metanolo nel vino può variare in funzione della varietà dell'uva, delle tecniche di vinificazione adottate e della durata del contatto tra il mosto e le parti solide del grappolo.

In generale, i vini rossi presentano concentrazioni superiori rispetto ai vini bianchi, in conseguenza dei tempi di macerazione generalmente più prolungati e del maggiore contatto con le bucce.

Nell'ambito dei controlli ufficiali, la determinazione del metanolo riveste particolare importanza in quanto costituisce un parametro di sicurezza alimentare e di conformità legislativa. La normativa vitivinicola stabilisce specifici limiti massimi per il contenuto di metanolo nei prodotti vitivinicoli. In particolare, per i vini rossi il limite massimo consentito è pari a 350 mg/L, ai sensi dell'art. 24 comma 6 della Legge n. 238/2016. La verifica del rispetto di tale limite rientra tra le attività di controllo ufficiale svolte dai laboratori ICQRF a tutela del consumatore e della conformità del prodotto.

La determinazione del metanolo è disciplinata dal metodo ufficiale OIV-MA-AS312-03A:R2014, applicabile ai vini per concentrazioni comprese tra 50 e 500 mg/L. Il metodo prevede la determinazione del metanolo nel distillato del vino, previa aggiunta di uno standard interno, mediante gascromatografia con rivelatore a ionizzazione di fiamma (GC-FID).

Per l'esecuzione del metodo ufficiale vengono impiegati acqua di tipo II secondo ISO 3696, etanolo con purezza superiore al 96%, metanolo standard con purezza pari o superiore al 99% e gas di trasporto, quali elio o idrogeno, con purezza minima del 99,999%. Il metodo prevede inoltre l'impiego di uno standard interno, necessario per correggere eventuali variazioni legate alla preparazione del campione e alla fase di iniezione cromatografica. Nella metodica ufficiale viene indicato il 4-metil-2-pentanololo come standard interno utilizzato nella validazione del metodo, pur essendo ammesso l'impiego di altri standard interni idonei. Le soluzioni standard vengono preparate in miscela idroalcolica, generalmente al 10% v/v, al fine di riprodurre condizioni il più possibile simili a quelle del distillato del vino analizzato.

Il principio del metodo si basa sulla separazione gascromatografica del metanolo dagli altri composti volatili presenti nel distillato. Il campione viene preliminarmente sottoposto a distillazione, secondo la procedura prevista per la determinazione del titolo alcolometrico volumico. Nel caso di vini spumanti o giovani, il metodo prevede una fase di degasaggio finalizzata all'eliminazione dell'anidride carbonica disciolta.

Al distillato ottenuto viene aggiunto lo standard interno e il campione così preparato viene analizzato mediante GC-FID. All'interno della colonna cromatografica, il metanolo e gli altri composti volatili vengono separati in base alle loro caratteristiche chimico-fisiche e ai differenti tempi di ritenzione. L'identificazione del metanolo avviene mediante confronto del tempo di ritenzione del picco rilevato nel campione con quello delle soluzioni standard di riferimento, mentre la quantificazione viene effettuata mediante curva di calibrazione, rapportando l'area del picco del metanolo all'area del picco dello standard interno.

Nell'ambito delle attività analitiche svolte presso il laboratorio ICQRF di Catania, la determinazione del metanolo è stata effettuata su diversi campioni vitivinicoli, principalmente vini bianchi e rossi, per i quali risultava necessario verificare la conformità del parametro ai limiti normativi applicabili.

I campioni vengono preliminarmente distillati secondo quanto previsto dal metodo ufficiale; il distillato ottenuto viene addizionato con standard interno, secondo la procedura operativa adottata dal laboratorio, e sottoposto ad analisi mediante GC-FID.

I dati cromatografici sono elaborati mediante il sistema di acquisizione strumentale e il risultato finale è espresso in mg/L di metanolo. Il valore ottenuto è quindi confrontato con i limiti normativi e valutato congiuntamente agli altri parametri chimico-fisici del campione nell'ambito della verifica della conformità del prodotto vitivinicolo. [44]

2.2.1.7 Rapporto isotopico $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ dell'acqua

La determinazione del rapporto isotopico $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ dell'acqua rappresenta una delle principali metodologie isotopiche impiegate nell'ambito dei controlli ufficiali dei prodotti vitivinicoli. L'analisi consente di caratterizzare la frazione acquosa del vino attraverso la misura del rapporto tra gli isotopi stabili dell'ossigeno ^{18}O e ^{16}O .

Il valore ottenuto, espresso come $\delta^{18}\text{O}$ rispetto allo standard internazionale V-SMOW⁸, può fornire informazioni utili per la verifica dell'autenticità del prodotto, della coerenza con l'origine geografica dichiarata e dell'eventuale presenza di pratiche non consentite, quali l'aggiunta intenzionale di acqua esogena.

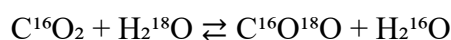
L'acqua presente nel vino deriva principalmente da quella assorbita dalla vite durante il suo ciclo vegetativo e conserva una firma isotopica influenzata dalle condizioni climatiche, geografiche e ambientali dell'area di produzione. Temperatura, precipitazioni, altitudine, distanza dal mare ed evaporazione contribuiscono infatti a determinare il valore isotopico caratteristico di una determinata zona vitivinicola.

L'eventuale aggiunta di acqua esogena può modificare tale equilibrio naturale, determinando variazioni del valore di $\delta^{18}\text{O}$ rispetto a quello atteso per il prodotto considerato. Per questo motivo, la determinazione del rapporto isotopico dell'ossigeno costituisce uno strumento di approfondimento particolarmente utile nell'ambito delle verifiche ispettive e delle attività di controllo ufficiale.

Il dato relativo al $\delta^{18}\text{O}$ non viene generalmente interpretato in modo isolato, ma valutato insieme agli altri parametri chimico-fisici e isotopici del campione. Il confronto con valori di riferimento e banche dati isotopiche ufficiali consente di supportare le operazioni di verifica.

Il metodo ufficiale di riferimento è l'OIV-MA-AS2-12, relativo alla determinazione del rapporto isotopico $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ dell'acqua nei vini e nei mosti mediante spettrometria di massa (IRMS, Isotope Ratio Mass Spectrometry).

Il principio della metodologia si basa sullo scambio isotopico tra l'acqua contenuta nel campione e una fase gassosa costituita da CO_2 . Durante la fase di equilibratura, l'ossigeno dell'acqua del vino e quello dell'anidride carbonica raggiungono un equilibrio secondo la seguente reazione:



⁸ V-SMOW: *Vienna Standard Mean Ocean Water*, materiale di riferimento internazionale utilizzato per esprimere e normalizzare i valori isotopici dell'ossigeno e dell'idrogeno dell'acqua.

Al termine del processo, la CO₂ presente nella fase gassosa risulta rappresentativa della composizione isotopica dell'acqua del campione e viene quindi introdotta nel sistema IRMS per la determinazione del rapporto ¹⁸O/¹⁶O.

I risultati vengono espressi come valore di δ¹⁸O rispetto allo standard internazionale V-SMOW in parti per mille (‰), secondo la seguente relazione:

$$\delta^{18}\text{O} = [(\text{rapporto isotopico del campione} - \text{rapporto isotopico dello standard}) / \text{rapporto isotopico dello standard}] \times 1000$$

Eq.4

In questa relazione, il rapporto isotopico del campione corrisponde al rapporto ¹⁸O/¹⁶O misurato nell'acqua del vino, mentre il rapporto isotopico dello standard corrisponde al rapporto ¹⁸O/¹⁶O dello standard internazionale di riferimento V-SMOW.

Per l'esecuzione della determinazione vengono impiegati reagenti, standard e materiali di riferimento conformi al metodo ufficiale OIV-MA-AS2-12:R2009. Il metodo prevede l'utilizzo di anidride carbonica ad elevata purezza, come gas di riferimento, di una miscela di elio e anidride carbonica per la fase di equilibratura, di elio gassoso ad elevata purezza che svolge la funzione di gas vettore, consentendo il trasferimento controllato della CO₂ equilibrata verso lo spettrometro di massa.

Per garantire la riferibilità metrologica delle determinazioni isotopiche vengono utilizzati materiali di riferimento certificati, quali V-SMOW2, GISP, SLAP2 e BCR-659. Gli standard di lavoro impiegati durante le sequenze analitiche vengono caratterizzati rispetto a tali materiali, così da assicurare la confrontabilità dei risultati ottenuti tra diverse misurazioni e tra diversi laboratori.

La strumentazione impiegata per la determinazione del rapporto isotopico ¹⁸O/¹⁶O dell'acqua del vino è costituita da un sistema EQ-IRMS, formato da uno spettrometro di massa per rapporti isotopici (IRMS) accoppiato a un sistema di equilibratura e introduzione della CO₂. Presso il laboratorio ICQRF di Catania, lo spettrometro di massa è associato a un sistema GasBench operante in flusso continuo, che consente la gestione automatizzata della fase gassosa e il trasferimento della CO₂ equilibrata verso l'IRMS.

Il sistema comprende un autocampionatore termostato, necessario per mantenere condizioni controllate durante la messa in equilibrio isotopico, un dispositivo di introduzione e

trasferimento dei gas, una colonna gascromatografica per la separazione della CO₂ dalle altre specie gassose presenti e un sistema di rimozione del vapore acqueo. I campioni vengono preparati in vial di vetro borosilicato da 12 mL, dotate di setto perforabile, e dosati mediante micropipette volumetriche tarate.

Lo spettrometro IRMS è costituito da una sorgente ionica, da un analizzatore magnetico e da un sistema di rivelazione costituiti da 3 collettori di Faraday. Nella sorgente ionica, la CO₂ proveniente dal campione viene ionizzata mediante bombardamento elettronico; gli ioni prodotti vengono quindi accelerati e separati in funzione del rapporto massa/carica (m/z). Le diverse specie ioniche della CO₂ raggiungono collettori distinti e generano segnali proporzionali alla loro abbondanza.

Nel caso della determinazione del rapporto isotopico dell'ossigeno, la misura viene effettuata sulla CO₂ presente nello spazio di testa dopo l'equilibratura. Lo strumento registra simultaneamente i segnali relativi alle masse m/z 44, 45 e 46, associate alle diverse combinazioni isotopiche della molecola di anidride carbonica. Il segnale m/z 44 è attribuibile prevalentemente alla specie $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$, mentre il segnale m/z 46 è influenzato principalmente dalla presenza dell'isotopo ^{18}O . L'elaborazione dei segnali consente di determinare il rapporto isotopico $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ dell'acqua del campione, successivamente espresso come valore di $\delta^{18}\text{O}$ rispetto allo standard internazionale di riferimento.

La Figura 21 mostra il sistema EQ-IRMS impiegato presso il laboratorio ICQRF di Catania per la determinazione del rapporto isotopico $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ dell'acqua nei prodotti vitivinicoli.



Figura 21: Sistema EQ-IRMS costituito da spettrometro di massa per rapporti isotopici (IRMS) accoppiato a sistema GasBench.

Fonte: Fotografia realizzata durante il tirocinio presso il laboratorio ICQRF di Catania.

L'elaborazione dei rapporti tra tali segnali, opportunamente corretti per i contributi isotopici secondari, consente di determinare con elevata precisione il rapporto isotopico $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ del campione. Grazie alla misura simultanea dei fasci ionici corrispondenti alle diverse specie isotopiche, la tecnica IRMS consente di raggiungere precisioni dell'ordine di pochi decimi di per mille (‰), rendendola particolarmente idonea per le determinazioni isotopiche impiegate nei controlli ufficiali.

Il sistema analitico impiegato presso il laboratorio ICQRF di Catania è costituito dallo spettrometro di massa Thermo Scientific DELTA V Advantage, accoppiato a un sistema GasBench SIA 333 operante in flusso continuo.

I campioni di vino e mosto possono generalmente essere analizzati senza particolari pretrattamenti. Qualora sussista il rischio di fermentazione del campione, il metodo prevede l'aggiunta di un agente antifermentativo, come l'acido benzoico, oppure passaggio su filtri a membrana.

Prima dell'avvio delle operazioni di misura, si eseguono delle procedure preliminari di finalizzate all'ottimizzazione del segnale (Peak Center e Autofocus) e alla verifica del corretto funzionamento del sistema prima dell'avvio della sequenza analitica (ON-OFF⁹).

Il vino destinato all'analisi viene quindi campionato tal quale e trasferito (200 µL) in apposite vial mediante micropipetta. Durante questa fase viene prestata particolare attenzione al corretto prelievo del campione, introducendo la punta della micropipetta nella porzione inferiore della vial al fine di evitare contaminazioni o la presenza di residui nella zona del tappo. Gli standard di taratura e i campioni di controllo vengono portati a temperatura ambiente prima dell'utilizzo e predisposti per l'inserimento nella sequenza analitica. Prima dell'acquisizione isotopica, le vial contenenti i campioni vengono sottoposte alla *fase di flushing* mediante il sistema GasBench. Tale operazione prevede il passaggio di una miscela gassosa He/CO₂ (99,6% He e 0,4% CO₂) attraverso lo spazio di testa delle vial per un intervallo di circa 8-10 minuti, assicurando l'eliminazione dell'aria all'interno della vial. Secondo la procedura adottata presso il laboratorio ICQRF di Catania, la fase di equilibratura è condotta a temperatura controllata a 26°C per 24 ore. La sequenza analitica predisposta mediante il software di gestione del sistema GasBench-IRMS gestisce in automatico la fase di flushing, l'attesa di 24 ore e infine la fase di misura per assicurare l'equilibratura la fase di misura. La sequenza comprende campioni, materiali di riferimento per la taratura e campioni di controllo opportunamente distribuiti lungo l'intera sequenza analitica al fine di verificare prestazioni strumentali e l'individuazione di eventuali derive del sistema. I campioni sono analizzati in doppio.

L'elaborazione finale dei dati isotopici e la relativa interpretazione analitica vengono effettuate esclusivamente dal personale autorizzato del laboratorio, in conformità alle procedure interne e ai requisiti di riservatezza previsti per le attività di controllo ufficiale. Il valore di $\delta^{18}\text{O}$ ottenuto viene successivamente valutato congiuntamente agli altri parametri chimico-fisici e isotopici determinati sul campione.

⁹ ON-OFF: sequenza preliminare automatizzata del sistema GasBench-IRMS effettuata prima dell'avvio dell'analisi per stabilizzare il circuito dei gas e predisporre lo strumento alle successive acquisizioni isotopiche.

Dove previsto, i risultati vengono confrontati con valori di riferimento e con le banche dati isotopiche ufficiali utilizzate nell'ambito dei controlli di autenticità. L'interpretazione integrata dei dati consente di verificare la coerenza del prodotto con l'origine dichiarata e di individuare eventuali alterazioni della frazione acquosa riconducibili a pratiche non conformi. [45]

2.2.1.8 Rapporto isotopico $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ dell'etanolo

La determinazione del rapporto isotopico $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ dell'etanolo estratto dal vino o dal mosto, mosto concentrato o dal mosto concentrato rettificato (dopo fermentazione), rappresenta uno strumento efficace per l'individuazione di eventuali pratiche di arricchimento, per la verifica dell'autenticità dei prodotti vitivinicoli e per l'individuazione di eventuali pratiche non conformi. Le informazioni ottenute dall'analisi del $\delta^{13}\text{C}$ vengono successivamente integrate con gli altri parametri isotopici determinati sul campione, contribuendo alla valutazione complessiva dell'autenticità e della conformità dei prodotti vitivinicoli sottoposti a controllo. Il principio della metodologia si basa sulle differenze naturali del rapporto isotopico del carbonio tra piante con differenti cicli fotosintetici.

La vite (*Vitis vinifera*) appartiene alle piante a metabolismo fotosintetico C3, nelle quali l'enzima RuBisCO¹⁰ discrimina preferenzialmente l'isotopo leggero ^{12}C durante la fissazione della CO_2 atmosferica. Di conseguenza, i composti organici sintetizzati dalla pianta risultano relativamente impoveriti in ^{13}C e presentano valori di $\delta^{13}\text{C}$ generalmente compresi tra circa -30‰ e -22‰. Al contrario, le piante a metabolismo fotosintetico C4, come la canna da zucchero (*Saccharum officinarum*) e il mais (*Zea mays*), utilizzano inizialmente l'enzima fosfoenolpiruvato carbossilasi (PEP-carbossilasi), che esercita una discriminazione molto minore nei confronti dell'isotopo ^{13}C . Per questo motivo i composti organici prodotti da tali piante risultano relativamente arricchiti in ^{13}C e presentano valori isotopici meno negativi, generalmente compresi tra circa -16‰ e -10‰. Questa differenza isotopica costituisce il fondamento del metodo OIV-MA-AS312-06 e rende possibile distinguere l'etanolo di origine vitivinicola da quello derivante da materie prime ottenute da piante appartenenti a differenti cicli fotosintetici.

¹⁰ RuBisCO: ribulosio-1,5-bisfosfato carbossilasi/ossigenasi.

I risultati vengono convenzionalmente espressi come $\delta^{13}\text{C}$ (‰) rispetto allo standard internazionale Vienna Pee Dee Belemnite (V-PDB), poiché le variazioni isotopiche naturali sono attribuibili principalmente alle differenze nell'abbondanza relativa dell'isotopo minoritario ^{13}C rispetto al più abbondante ^{12}C , utilizzato come riferimento nel rapporto isotopico.

Nella Tabella 3 sono riportati i valori medi di $\delta^{13}\text{C}$ dell'etanolo ottenuti per campioni caratterizzati da diversa origine botanica nell'ambito dello studio collaborativo OIV.

Campione	Origine dell'etanolo	Composizione (%)	$\delta^{13}\text{C}$ (‰ V-PDB)
H/K	Vino (C3)	100% vino	-26,63
D/F	Barbabietola (C3)	100% barbabietola	-27,79
B/C	Miscela C3	90% vino + 10% barbabietola	-26,75
E/I	Miscela C3/C4	90% vino + 10% canna da zucchero	-25,26
A/G	Miscela C3/C4	80% vino + 10% barbabietola + 10% canna da zucchero	-25,32
J/L	Canna da zucchero (C4)	100% canna da zucchero	-12,54

Tabella 3: Valori medi di $\delta^{13}\text{C}$ dell'etanolo ottenuti per campioni di diversa origine botanica nello studio collaborativo OIV.

Fonte: elaborazione propria da dati riportati nel metodo OIV-MA-AS312-06:R2009, Metodo ufficiale per la determinazione del rapporto isotopico $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ dell'etanolo nel vino mediante spettrometria di massa isotopica (IRMS).

Dall'analisi dei dati riportati in Tabella 3 emerge chiaramente la differenza tra i valori isotopici caratteristici delle piante a metabolismo fotosintetico C3 e quelli delle piante C4. L'alcol di origine vitivinicola presenta valori medi di $\delta^{13}\text{C}$ compresi tra circa -26‰ e -28‰, analogamente all'alcol derivato da barbabietola da zucchero, anch'essa appartenente al gruppo delle piante C3. Al contrario, l'alcol ottenuto da canna da zucchero, pianta a metabolismo C4, mostra valori significativamente meno negativi, prossimi a -12‰. La presenza di zuccheri o alcoli derivati da piante C4 determina pertanto uno spostamento del valore isotopico del campione verso valori meno negativi rispetto a quelli tipici dell'etanolo di origine vitivinicola.

La determinazione del rapporto isotopico $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ dell'etanolo viene effettuata mediante spettrometria di massa per rapporti isotopici (IRMS) accoppiata a un analizzatore elementare (EA), secondo quanto previsto dal metodo ufficiale OIV-MA-AS312-06.

Prima dell'analisi isotopica, l'etanolo viene separato dal vino mediante distillazione, al fine di eliminare possibili interferenze dovute agli altri componenti del campione. Il distillato ottenuto viene successivamente trasferito in apposite vials e introdotto nell'analizzatore elementare equipaggiato con un autocampionatore per liquidi. Prima dell'acquisizione vengono verificati i flussi dei gas di lavoro, l'assenza di perdite nel sistema e il corretto funzionamento dell'analizzatore elementare e dello spettrometro di massa, mediante l'impiego di materiali di riferimento certificati. Per l'analisi sono utilizzati elio e ossigeno ad elevata purezza rispettivamente come gas vettore e gas di combustione, mentre l'anidride carbonica viene impiegata come gas di riferimento secondario per la calibrazione isotopica. La combustione quantitativa del campione, per il quale l'etanolo viene convertito in CO_2 e H_2O , avviene in presenza di ossigeno ad alte temperature ($\sim 900^\circ\text{C}$). La CO_2 ottenuta viene quindi separata dagli altri prodotti della combustione e convogliata allo spettrometro di massa mediante un flusso continuo di elio. L'acqua prodotta durante il processo viene rimossa mediante delle trappole di perclorato di magnesio, prima dell'introduzione della CO_2 nello spettrometro di massa.

Il funzionamento dello spettrometro IRMS è analogo a quello della determinazione del rapporto isotopico del $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ precedentemente descritta. L'elaborazione delle intensità ioniche registrate, in particolare ai valori m/z 44, 45, consente di determinare il rapporto isotopico $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ del campione, che viene successivamente espresso come valore di $\delta^{13}\text{C}$ (‰) rispetto allo standard internazionale V-PDB. La determinazione si basa sul confronto tra il rapporto isotopico misurato nel campione e quello di materiali di riferimento certificati e standard di lavoro calibrati sulla medesima scala isotopica, garantendo comparabilità internazionale dei risultati ottenuti.

Nell'ambito delle attività svolte presso il laboratorio ICQRF di Catania è stato possibile osservare e seguire l'applicazione della determinazione del rapporto isotopico $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ dell'etanolo su campioni destinati ai controlli ufficiali. Le analisi isotopiche sono state effettuate sia sui campioni provenienti dalla Banca Dati Vitivinicola (BDV), finalizzata alla costruzione dei dati isotopici di riferimento della campagna vendemmiale in corso, sia su campioni sottoposti ad approfondimento analitico.

In accordo con quanto previsto dal metodo ufficiale OIV-MA-AS312-06: R2009, operativamente, per ciascun campione vengono destinati circa 500 mL di vino alla fase di distillazione. Il distillato ottenuto costituisce il materiale di partenza per le determinazioni del rapporto isotopico. Successivamente alla distillazione, il distillato ottenuto viene trasferito in apposite boccette identificate mediante il numero di verbale del campione, il numero della colonna di distillazione utilizzata e la data di esecuzione della distillazione, al fine di garantire la completa tracciabilità del campione durante tutte le fasi analitiche. Dal distillato così ottenuto vengono prelevati circa 2 mL di campione, successivamente trasferiti in apposite vial gascromatografiche (GC vial). Anche questi contenitori vengono etichettati utilizzando il codice identificativo, assicurando la corretta corrispondenza tra il campione originario e le successive determinazioni isotopiche.

Successivamente al trasferimento del distillato nelle GC vial, vengono predisposti gli standard di taratura e i campioni di controllo qualità (Quality Control, QC), necessari per verificare il corretto funzionamento dello strumento e l'affidabilità delle misure isotopiche. La sequenza analitica viene quindi programmata mediante il software di gestione e comprende cicli preliminari di stabilizzazione del sistema (ON-OFF), una vial vuota (empty), materiali di taratura, campioni di controllo e campioni in analisi. Questi ultimi vengono sottoposti a doppia lettura per verificare la ripetibilità della misura. Durante l'acquisizione, standard e controlli vengono inseriti a intervalli regolari tra i campioni, consentendo di monitorare costantemente la stabilità della risposta strumentale e di evidenziare eventuali anomalie nel corso della sequenza.

Una volta completata la predisposizione della sequenza analitica, viene avviata l'analisi. L'intera procedura viene gestita automaticamente dal sistema EA-IRMS secondo la sequenza analitica impostata. L'elaborazione finale dei dati isotopici e la relativa interpretazione analitica vengono effettuate esclusivamente dal personale autorizzato del laboratorio, in conformità alle procedure interne e ai requisiti di riservatezza previsti per le attività di controllo ufficiale. Il valore di $\delta^{13}\text{C}$ ottenuto viene successivamente valutato nell'ambito del quadro analitico complessivo del campione e confrontato con i valori di riferimento disponibili per i prodotti vitivinicoli. L'interpretazione del dato isotopico consente di verificare la coerenza dell'origine degli zuccheri presenti nel prodotto e di individuare eventuali pratiche di aggiunte di zuccheri esogeni, contribuendo alla verifica dell'autenticità e della conformità dei prodotti sottoposti a controllo. [46]

2.2.1.9 Rapporto isotopico D/H dell'etanolo

La determinazione del rapporto isotopico deuterio/idrogeno (D/H) dell'etanolo rappresenta una delle principali metodologie isotopiche impiegate nell'ambito dei controlli ufficiali dei prodotti vitivinicoli per la verifica dell'autenticità e dell'origine delle sostanze zuccherine utilizzate durante la produzione. Il metodo ufficiale OIV-MA-AS311-05:R2011 si basa sulla tecnica SNIF-NMR (*Site-specific Natural Isotope Fractionation studied by Nuclear Magnetic Resonance*), che consente di determinare la distribuzione naturale del deuterio all'interno della molecola di etanolo.

La tecnica SNIF-NMR consente di misurare il contenuto di deuterio in specifiche posizioni molecolari dell'etanolo. In particolare, il metodo permette di determinare il rapporto D/H associato al gruppo metilico (CH₃), indicato come (D/H)_I, e quello associato al gruppo metilenico (CH₂), indicato come (D/H)_{II}.

Di seguito una rappresentazione schematica delle posizioni molecolari dell'etanolo investigate mediante la tecnica SNIF-NMR.

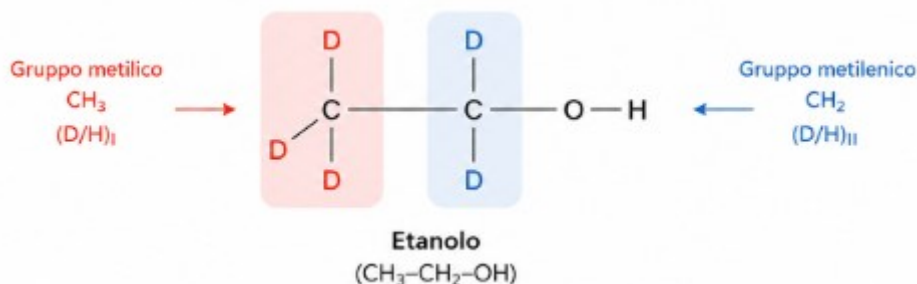


Figura 22: Rappresentazione schematica della molecola di etanolo con evidenziazione delle posizioni isotopiche investigate mediante la tecnica SNIF-NMR.

Fonte: Elaborazione propria sulla base del metodo OIV-MA-AS311-05:R2011.

L'abbondanza relativa del deuterio nelle diverse posizioni della molecola di etanolo è influenzata dai processi biochimici che avvengono durante la crescita della pianta e durante la fermentazione alcolica. Ciò implica che la distribuzione isotopica del deuterio conserva informazioni legate all'origine botanica delle materie prime e alle condizioni ambientali nelle quali esse si sono sviluppate.

Per questo motivo il metodo SNIF-NMR costituisce uno strumento particolarmente efficace per distinguere l'etanolo ottenuto dalla fermentazione degli zuccheri dell'uva dall'etanolo derivante da altre fonti vegetali e per individuare possibili pratiche di arricchimento mediante sostanze zuccherine di origine esogena.

La distribuzione del deuterio all'interno della molecola non è uniforme. Durante la biosintesi degli zuccheri nella pianta e nelle successive fasi della fermentazione alcolica si verificano infatti fenomeni di frazionamento isotopico che determinano un diverso arricchimento o impoverimento del deuterio nelle specifiche posizioni molecolari dell'etanolo. Di conseguenza, la distribuzione finale del deuterio risulta influenzata da numerosi fattori, tra cui la specie vegetale di origine, il metabolismo fotosintetico della pianta, le condizioni climatiche e ambientali di crescita e le caratteristiche isotopiche dell'acqua assorbita durante il ciclo vegetativo. Per questo motivo etanolo ottenuto dalla fermentazione degli zuccheri dell'uva, della barbabietola, del mais o della canna da zucchero presenta distribuzioni isotopiche del deuterio differenti e riconoscibili. La tecnica SNIF-NMR consente quindi di verificare se la distribuzione dei parametri $(D/H)_I$ e $(D/H)_{II}$ osservata nel campione sia compatibile con quella attesa per un etanolo derivante dalla fermentazione degli zuccheri dell'uva oppure se evidenzia possibili anomalie riconducibili all'impiego di sostanze zuccherine di origine diversa.

Le informazioni fornite dal deuterio risultano complementari a quelle ottenute mediante la determinazione del rapporto isotopico $^{13}C/^{12}C$. Mentre quest'ultima permette principalmente di distinguere zuccheri provenienti da piante a metabolismo fotosintetico C_3 e C_4 , la distribuzione del deuterio fornisce una caratterizzazione isotopica più dettagliata dell'etanolo, coinvolgendo anche la composizione isotopica dell'acqua assorbita dalla pianta. Per questo motivo i parametri $(D/H)_I$ e $(D/H)_{II}$ rappresentano un importante supporto nella verifica dell'autenticità dei prodotti vitivinicoli e, se interpretati insieme ai valori di $\delta^{13}C$ e $\delta^{18}O$, contribuiscono alla definizione del profilo isotopico complessivo del prodotto.

La corretta applicazione del metodo richiede l'impiego di reagenti ad elevata purezza, materiali di riferimento certificati e una preparazione accurata del campione, al fine di garantire la stabilità della misura NMR e l'affidabilità dei risultati ottenuti.

Tra i principali reagenti utilizzati figura l'esafuorobenzene (C_6F_6), impiegato come sostanza di lock per la stabilizzazione della frequenza del campo magnetico durante l'acquisizione degli spettri NMR. Per la preparazione del campione il metodo prevede anche l'uso di acido trifluoroacetico (TFA) o, in alternativa, anidride trifluoroacetica (TFAA), che favoriscono lo scambio rapido dell'idrogeno presente nel gruppo ossidrilico dell'etanolo, migliorando la

qualità e la riproducibilità dei segnali spettrali. Il contenuto di acqua del distillato può essere determinato mediante il metodo Karl Fischer, utilizzando i reagenti specifici previsti dalla metodologia.

La calibrazione dello strumento e il controllo delle prestazioni analitiche vengono effettuati mediante materiali di riferimento certificati (CRM). In particolare, il materiale CRM-123 viene utilizzato per verificare la corretta calibrazione dello spettrometro NMR, mentre la N,N-tetrametilurea (TMU) certificata per il rapporto isotopico D/H certificato, viene impiegata come standard interno di riferimento. Ulteriori materiali certificati, quali CRM-656 e CRM-660, sono utilizzati per la verifica delle fasi di preparazione del campione, distillazione e controllo delle prestazioni complessive del metodo impiegato.

La determinazione del rapporto isotopico D/H dell'etanolo viene effettuata attraverso la spettroscopia di risonanza magnetica nucleare del deuterio (^2H -NMR), secondo l'approccio SNIF-NMR previsto dal metodo ufficiale OIV-MA-AS311-05:R2011.

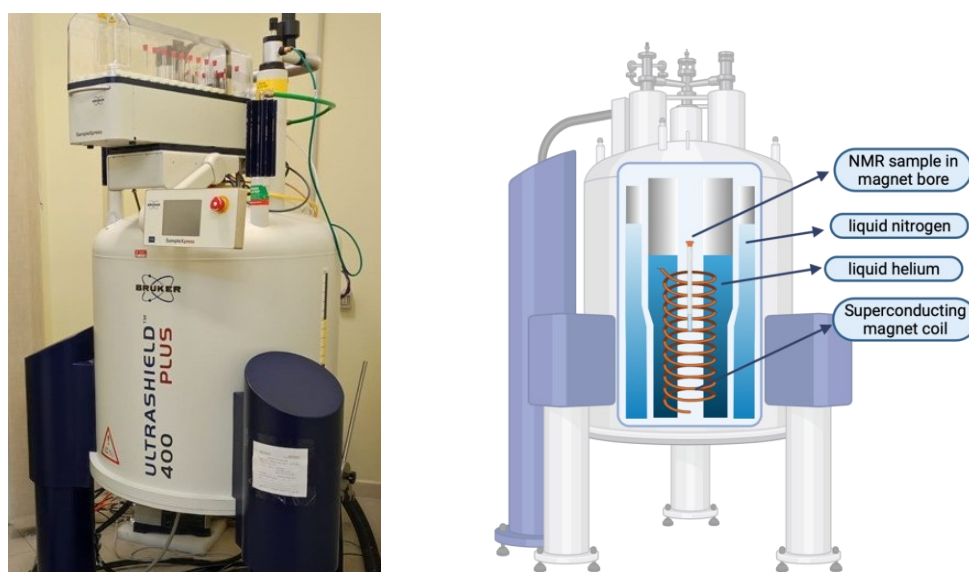


Figura 23: Spettrometro NMR Bruker UltraShield Plus 400 utilizzato presso il laboratorio ICQRF di Catania e rappresentazione schematica della struttura interna del magnete superconduttore.

Fonte: Fotografia realizzata durante il tirocinio presso il laboratorio ICQRF di Catania (sinistra); elaborazione da University of Delaware, NMR for Everyone (destra).

Lo strumento è costituito da un magnete superconduttore ad elevata intensità di campo, da una sonda specifica per la rilevazione del deuterio (^2H), da un sistema di generazione e ricezione degli impulsi a radiofrequenza e da un sistema informatico dedicato all'acquisizione e all'elaborazione degli spettri NMR. Il magnete genera un campo magnetico estremamente stabile e omogeneo all'interno del quale vengono posizionati i campioni contenuti nelle apposite provette NMR.

Come mostrato schematicamente nella Figura 23, il campione viene posizionato al centro del magnete superconduttore, in una regione caratterizzata da elevata omogeneità del campo magnetico, una condizione indispensabile per l'acquisizione accurata e riproducibile degli spettri NMR.

Quando il campione viene sottoposto a impulsi di radiofrequenza opportunamente modulati, i nuclei di deuterio presenti nella molecola di etanolo assorbono energia e producono segnali caratteristici che vengono rilevati dalla sonda e convertiti in uno spettro NMR.

L'intensità dei segnali ottenuti è direttamente correlata alla quantità di deuterio presente nelle diverse posizioni molecolari dell'etanolo.

Per garantire la stabilità della frequenza di misura e la riproducibilità delle determinazioni, viene impiegato un sistema di lock basato su esafluorobenzene (C_6F_6) mentre la corretta risposta strumentale viene verificata mediante materiali di riferimento certificati, come descritto in precedenza.

L'elaborazione degli spettri consente di determinare separatamente i parametri (D/H)I e (D/H)II, corrispondenti rispettivamente al contenuto di deuterio associato al gruppo metilico (CH_3) e al gruppo metilenico (CH_2) della molecola di etanolo.

Prima della determinazione mediante SNIF-NMR, l'etanolo deve essere preventivamente separato dalla matrice vinosa attraverso una fase di distillazione, al fine di ottenere un distillato idoneo all'analisi isotopica. Il campione così ottenuto viene successivamente sottoposto alle operazioni di preparazione previste dal metodo ufficiale OIV-MA-AS311-05 prima dell'acquisizione degli spettri NMR.

Il distillato ottenuto viene conservato in contenitori ermeticamente chiusi per evitare perdite di etanolo o fenomeni evaporativi che potrebbero alterare la composizione isotopica del campione. Successivamente viene determinato il titolo alcolometrico del distillato, che deve essere noto con adeguata precisione prima della preparazione del campione destinato alla misura NMR.

La preparazione del campione per l'analisi SNIF-NMR prevede il trasferimento di un'aliquota (distillato) accuratamente pesata in una provetta NMR. Al campione viene aggiunta una quantità nota di N,N-tetrametilurea (TMU), utilizzata come standard interno di riferimento per la determinazione del rapporto isotopico D/H. Viene inoltre aggiunto esafluorobenzene (C_6F_6), impiegato come sostanza di lock per la stabilizzazione della frequenza del campo magnetico durante l'acquisizione degli spettri.

Durante la fase di preparazione particolare attenzione viene posta nell'evitare qualsiasi evaporazione del campione o dello standard interno, poiché eventuali perdite potrebbero determinare fenomeni di frazionamento isotopico e compromettere l'affidabilità della misura.

Il campione preparato viene introdotto in apposite provette NMR (Figura 24) progettate per garantire condizioni di misura stabili e riproducibili.



Figura 24: Provetta NMR con diametro da 10 mm utilizzata per la preparazione dei campioni destinati all'analisi SNIF-NMR.

Una volta completata la preparazione del campione, la provetta NMR viene introdotta all'interno dello spettrometro e posizionata nella regione centrale del magnete superconduttore. Prima dell'acquisizione degli spettri vengono effettuate le operazioni preliminari di ottimizzazione delle condizioni strumentali, finalizzate a garantire un'elevata omogeneità del campo magnetico. In particolare, viene eseguita la procedura di *shimming*, che consente di ottimizzare l'omogeneità del campo magnetico all'interno del volume occupato dal campione.

Il campione è pronto per essere sottoposto a impulsi di radiofrequenza che inducono la risonanza dei nuclei di deuterio presenti nella molecola di etanolo. I segnali generati vengono registrati dal sistema e trasformati in spettri NMR, nei quali è possibile distinguere i contributi associati alle differenti posizioni molecolari investigate. L'elaborazione degli spettri consente di determinare separatamente il rapporto isotopico D/H associato al gruppo metilico dell'etanolo, indicato come (D/H)_I, e quello associato al gruppo metilenico, indicato come (D/H)_{II}.

Per ciascun campione possono essere acquisite misure ripetute al fine di verificare la ripetibilità dell'analisi e garantire l'affidabilità dei risultati. I dati ottenuti vengono successivamente confrontati con quelli dei materiali di riferimento certificati e sottoposti alle procedure di controllo qualità previste dal metodo ufficiale.

Presso il laboratorio ICQRF di Catania, nell'ambito delle attività preliminari alla determinazione del rapporto isotopico D/H dell'etanolo mediante SNIF-NMR, particolare attenzione viene dedicata alla preparazione del campione destinato all'analisi isotopica.

A partire da un volume di circa 500 mL di campione, la distillazione viene eseguita secondo quanto previsto; il distillato ottenuto viene successivamente identificato e conservato in contenitori ermeticamente chiusi fino alle fasi di preparazione per l'analisi. [47]

Le successive fasi di acquisizione degli spettri, elaborazione dei dati isotopici e interpretazione dei risultati vengono effettuate mediante la strumentazione dedicata e i software di elaborazione utilizzati dal personale specializzato del laboratorio ICQRF di Catania.

2.2.2 Metodi di screening

Tra le principali tecniche di screening impiegate nell'ambito dei controlli ufficiali dei prodotti vitivinicoli rientra la spettroscopia infrarossa in trasformata di Fourier (FT-IR), utilizzata per la determinazione rapida e simultanea di numerosi parametri chimico-fisici in matrici quali vini, mosti e mosti parzialmente fermentati (Risoluzione OIV/OENO 390/2010).

Essa consente di ottenere informazioni sulla composizione del campione attraverso l'interazione tra la radiazione infrarossa e le molecole presenti nella matrice.

Il principio della tecnica si basa sull'assorbimento selettivo della radiazione infrarossa da parte dei legami chimici presenti nei composti del campione, i quali vibrano a frequenze caratteristiche. L'assorbimento della radiazione produce un segnale interferometrico che, mediante trasformata di Fourier, viene convertito in uno spettro di assorbimento espresso in funzione del numero d'onda (cm^{-1}), caratteristico della composizione chimica della matrice analizzata.

Per l'analisi multiparametrica mediante tecnica FT-IR sono stati impiegati reagenti e soluzioni specifiche per la calibrazione, il mantenimento delle condizioni operative e il controllo dello stato di taratura dello strumento WineScan™ FT-IR. In particolare, sono stati utilizzati Cleaning Agent WineScan™, soluzione di Autozero ottenuta mediante dissoluzione di Zero Liquid Salt in acqua distillata e soluzione FTIR Equalizer per le procedure di calibrazione e standardizzazione della cella analitica. Le verifiche prestazionali sono eseguite mediante controlli automatici di standardizzazione e materiali provenienti da circuiti interlaboratorio.

Lo strumento è costituito da una sorgente di radiazione infrarossa, un interferometro che modula il segnale incidente, una cella di misura attraversata dal campione e un sistema di rivelazione (detector) in grado di registrare la radiazione trasmessa.

Lo spettro ottenuto contiene informazioni relative all'insieme dei principali costituenti presenti nel campione. La determinazione quantitativa dei parametri analitici non avviene mediante la misura diretta di singole bande di assorbimento, ma attraverso modelli chemiometrici sviluppati a partire da banche dati di campioni precedentemente caratterizzati mediante i metodi ufficiali di riferimento. Attraverso algoritmi matematici e procedure di regressione multivariata, il software dello strumento confronta lo spettro acquisito con i modelli di calibrazione disponibili, restituendo contemporaneamente i valori dei parametri analitici di interesse.

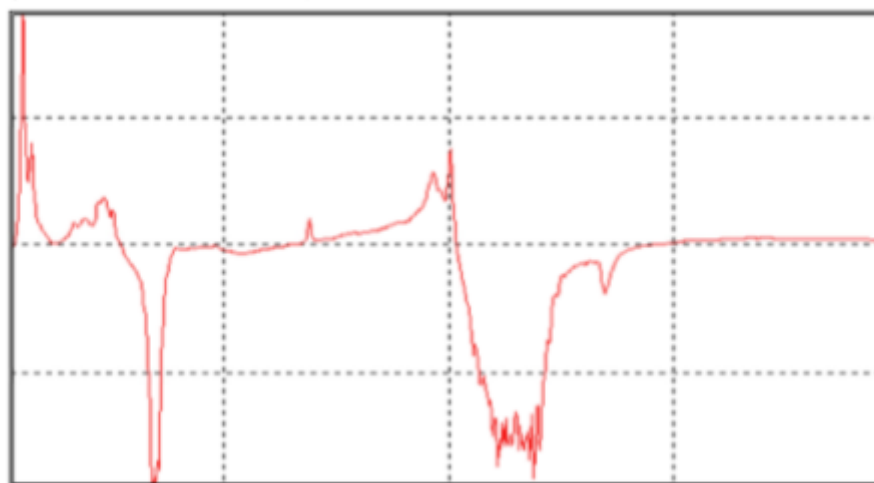


Figure 3: Example of the middle infrared spectrum of a wine

Figura 25: Esempio di spettro infrarosso nel medio infrarosso ottenuto dall'analisi di un campione di vino mediante tecnica FT-IR.

Fonte: OIV/OENO Resolution 390/2010.

Come illustrato nella Figura 25, il campione di vino genera uno spettro infrarosso caratterizzato dalla presenza di numerose bande di assorbimento attribuibili ai principali costituenti della matrice. Le differenze osservate nell'intensità e nella forma dei segnali rispecchiamo il contributo combinato di acqua, etanolo, zuccheri, acidi organici e degli altri composti presenti nel campione.

Nel corso dell'attività sperimentale condotta presso il laboratorio ICQRF di Catania, lo screening preliminare dei campioni vitivinicoli è stato effettuato mediante il sistema WineScan™ 79000 (FOSS), secondo il metodo di prova interno adottato dal laboratorio ICQRF di Catania. Lo strumento ha consentito la valutazione multiparametrica delle matrici analizzate e l'individuazione di eventuali anomalie compositive, fornendo un supporto preliminare per la pianificazione delle successive determinazioni analitiche ufficiali di routine e degli eventuali approfondimenti analitici.

Il sistema WineScan™ 79000 consente la determinazione simultanea di numerosi parametri chimico-fisici della matrice vitivinicola, tra cui titolo alcolometrico, zuccheri, acidi organici, pH, anidride carbonica, anidride solforosa e parametri colorimetrici. L'analisi viene eseguita in tempi veramente ridotti e richiede una preparazione minima del campione. L'affidabilità

delle determinazioni è garantita dall'impiego di calibrazioni sviluppate su ampi set di campioni rappresentativi di differenti matrici vitivinicole e validate mediante confronto con metodi ufficiali di riferimento.

A supporto dell'attività di screening preliminare descritta, durante il tirocinio sono state svolte le operazioni di preparazione e organizzazione dei campioni. I campioni vitivinicoli vengono trasferiti in apposite provette Falcon e identificati mediante il codice univoco assegnato dal laboratorio, riportato sul contenitore e registrato nella documentazione analitica associata. Successivamente, le provette vengono organizzate all'interno dei rack di caricamento dello strumento secondo la sequenza analitica programmata. Particolare attenzione viene dedicata alla corretta disposizione dei campioni e alla verifica della corrispondenza tra la posizione nel rack e il codice identificativo assegnato, al fine di garantire la tracciabilità dell'intero processo analitico.

In ogni sequenza viene inoltre posizionato un campione di controllo qualità (Quality Control, QC), generalmente collocato nella prima posizione del rack, utilizzato per monitorare il corretto funzionamento dello strumento e la stabilità delle prestazioni analitiche.

Una volta completata la preparazione del rack, il sistema WineScan™ 79000 esegue automaticamente l'aspirazione del campione, l'acquisizione dello spettro FT-IR e la successiva elaborazione dei dati mediante i modelli chemiometrici integrati.

Nel corso delle attività svolte presso il laboratorio ICQRF di Catania sono state utilizzate principalmente le calibrazioni relative al titolo alcolometrico volumico (% vol), all'estratto secco totale, al glucosio, all'acido tartarico, all'acido citrico, al pH, ai polifenoli, all'acidità volatile, all'anidride solforosa totale, al metanolo e ai solfati. Lo strumento fornisce inoltre il parametro Global H, utilizzato come indice generale di controllo e di affidabilità dell'analisi eseguita.

Al termine dell'analisi, il software associato allo strumento elabora automaticamente lo spettro infrarosso acquisito, restituendo i risultati previsti dalle specifiche calibrazioni applicate. In questo modo è possibile ottenere una valutazione preliminare della composizione chimico-fisica del campione.

I risultati ottenuti mediante FT-IR non sostituiscono le determinazioni ufficiali eseguite con i metodi di riferimento previsti dalla normativa, ma costituiscono uno strumento di screening rapido particolarmente utile nell'ambito delle attività di controllo ufficiale. [48]

2.3 Validazione dati

Una volta completate le determinazioni analitiche previste, la fase successiva del processo analitico prevede la validazione dei dati ottenuti. Nell'ambito delle attività svolte presso i laboratori ICQRF, tale fase costituisce un passaggio fondamentale dell'iter analitico, in quanto consente di verificare l'affidabilità e la correttezza dei risultati ottenuti prima della loro interpretazione e della successiva emissione del rapporto di prova. Tale attività costituisce il collegamento tra la produzione del dato sperimentale e la sua utilizzazione ai fini della valutazione della conformità del campione.

La validazione dei dati comprende due momenti distinti ma complementari: la verifica (verification) e la validazione (data validation).

La verifica consiste nella revisione dei dati ottenuti durante il processo analitico con l'obiettivo di individuare eventuali errori di trascrizione e di calcolo. In questa fase viene controllata la corretta associazione tra campione e risultati analitici, la completezza delle prove previste dal protocollo di analisi e la corretta elaborazione dei dati generati mediante la strumentazione analitica adottata.

Tale attività consente di escludere errori di natura procedurale o documentale che potrebbero compromettere la corretta interpretazione dei risultati e rappresenta il primo livello di controllo prima dell'emissione del giudizio analitico.

Successivamente viene effettuata la validazione dei dati, che consiste nella valutazione critica dei risultati ottenuti sulla base di criteri prestabiliti. Lo scopo di questa fase è identificare eventuali valori anomali, risultati incoerenti o errori sistematici che potrebbero influenzare l'affidabilità del dato analitico.

La validazione prevede pertanto l'esame dei campioni di controllo utilizzati, della coerenza complessiva dei risultati ottenuti, il confronto con le caratteristiche attese della matrice analizzata e l'eventuale approfondimento di situazioni anomale mediante ulteriori verifiche o ripetizioni delle prove. Solo i dati che superano positivamente questa fase possono essere considerati tecnicamente validi e utilizzati per le successive attività di valutazione della conformità.

L'intero processo è supportato dal sistema di controllo qualità adottato dal laboratorio accreditato secondo la norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025, che garantisce il monitoraggio continuo delle prestazioni analitiche mediante controlli interni ed esterni.

Il controllo qualità interno comprende l'insieme delle verifiche effettuate direttamente dal laboratorio durante l'attività analitica quotidiana al fine di monitorare il corretto

funzionamento della strumentazione, la stabilità del metodo e l'affidabilità dei risultati ottenuti.

Tra i principali strumenti di controllo interno rientrano:

- Campioni bianchi (*blank samples*), utilizzati per verificare l'assenza di contaminazioni introdotte durante il processo analitico, controllare il segnale strumentale in condizioni di concentrazione nulla e individuare eventuali errori sistematici che potrebbero compromettere l'affidabilità dei risultati.
- Campioni fortificati (*fortified samples*), ottenuti mediante l'aggiunta di una quantità nota dell'analita di interesse alla matrice da analizzare, utilizzati per valutare il recupero del metodo (*recovery*). Il confronto tra la quantità di analita aggiunta e quella effettivamente determinata consente di verificare l'accuratezza della procedura analitica e di individuare eventuali perdite che potrebbero influenzare la misura.
- Campioni ciechi (*dummy samples*), introdotti nel processo analitico senza che l'operatore ne conosca le caratteristiche, al fine di verificare l'intera procedura. Prove replicate, effettuate sul medesimo campione per valutare la variabilità dei risultati e la precisione del metodo;
- Materiali di riferimento, inclusi quelli certificati, utilizzati per verificare l'accuratezza delle determinazioni analitiche.
- Carte di controllo (*control charts*), impiegate per il monitoraggio statistico delle prestazioni del metodo nel tempo e per verificare che il processo analitico rimanga sempre sotto controllo.

Il controllo qualità esterno, invece, è finalizzato alla verifica delle prestazioni del laboratorio mediante il confronto con altre strutture che utilizzano metodologie analoghe. Tale attività viene generalmente realizzata attraverso la partecipazione a circuiti interlaboratorio (*Interlaboratory Comparisons*) e a prove valutative (*Proficiency Testing*), che consentono di confrontare i risultati ottenuti con quelli prodotti da altri laboratori e di verificare il mantenimento di adeguati livelli di accuratezza e affidabilità. [37]

L'integrazione tra controlli interni ed esterni costituisce un elemento fondamentale del sistema qualità dei laboratori accreditati e contribuisce a garantire che i risultati utilizzati nelle successive fasi di valutazione della conformità siano tecnicamente validi e scientificamente affidabili. Una volta conclusa la fase di validazione, i risultati possono essere utilizzati per la successiva valutazione della conformità del prodotto rispetto ai requisiti normativi applicabili.

2.4 Valutazione della conformità

Una volta completata la fase di validazione dei dati, i risultati analitici vengono sottoposti a valutazione della conformità. Tale attività consiste nel confronto dei valori ottenuti con i requisiti previsti dalla normativa vigente, dai disciplinari di produzione e dalle specifiche applicabili alla tipologia di prodotto analizzata, al fine di stabilire se il campione risulti conforme o no ai criteri di riferimento. In particolare, l'attività richiede il confronto tra il risultato ottenuto e il valore limite di riferimento secondo una regola decisionale, cioè una regola che descrive in che modo si tiene conto dell'incertezza di misura quando si dichiara la conformità a un requisito specificato, tenendo conto del livello di rischio associato. Per livello di rischio si intende la probabilità di accettare una falsa dichiarazione di conformità rilasciata sulla base della regola decisionale adottata.

L'incertezza di misura è il parametro associato al risultato analitico che ne caratterizza la dispersione dei valori, ragionevolmente attribuiti al misurando, esprimendo il grado di affidabilità del risultato ottenuto e fornendo un'indicazione quantitativa della variabilità associata alla misura. Pertanto, il risultato viene generalmente espresso come:

$$x \pm U$$

dove:

- x , rappresenta il risultato della misura;
- U , rappresenta l'incertezza estesa associata al risultato.

L'incertezza estesa viene normalmente calcolata con un livello di confidenza del 95%, corrispondente approssimativamente a due deviazioni standard ($K \approx 2$).

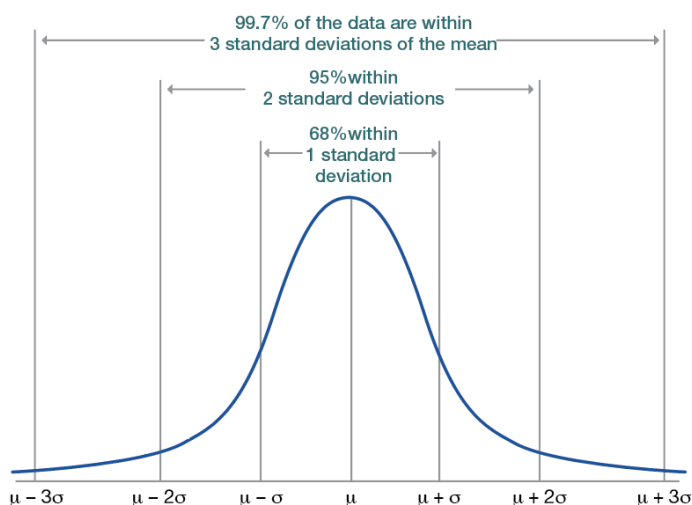


Figura 26: Distribuzione normale (gaussiana) e livelli di copertura associati alla deviazione standard.

Fonte: Gambino G.L., Food Controls – ICQRF's Activity, materiale didattico Università di Trento, 2026.

Il significato statistico dell'incertezza di misura può essere rappresentato mediante la distribuzione normale (gaussiana), nella quale la maggior parte dei valori osservati si concentra in prossimità del valore medio e la probabilità di osservare valori sempre più distanti diminuisce progressivamente.

Come illustrato nella Figura 26, circa il 68% dei risultati è compreso entro una deviazione standard dalla media ($\mu \pm \sigma$), il 95% entro due deviazioni standard ($\mu \pm 2\sigma$) e il 99,7% entro tre deviazioni standard ($\mu \pm 3\sigma$). Nei laboratori di prova, l'incertezza estesa viene generalmente espressa con un livello di confidenza del 95%.

La valutazione dell'incertezza viene effettuata secondo i principi internazionali riportati nella *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)* e nei documenti tecnici del Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM 100:2008). Per la stima dell'incertezza esistono differenti approcci in funzione delle caratteristiche del metodo analitico e delle informazioni disponibili. Nel caso dei metodi ufficiali di analisi, la stima dell'incertezza si

basa frequentemente sui dati di ripetibilità¹¹ e riproducibilità¹² ottenuti durante gli studi collaborativi interlaboratorio che precedono l'adozione del metodo e che sono pubblicati nel metodo stesso. In questo caso si utilizza un approccio globale (*holistic approach*), basato sulla deviazione standard di riproducibilità determinata nelle condizioni di massima indipendenza delle prove, eseguite nell'ambito dei circuiti interlaboratorio. Oppure, se il metodo non riporta i dati di ripetibilità e riproducibilità, la stima dell'incertezza può essere effettuata mediante approcci alternativi, tra cui studi intralaboratorio di ripetibilità intermedia, l'utilizzo dei parametri statistici ottenuti dai *Proficiency Test* oppure specifici approcci metrologici basati su modelli matematici riconosciuti.

Una volta stimata l'incertezza di misura, il laboratorio deve stabilire come quest'ultima deve essere considerata nell'espressione del giudizio di conformità. Per questo motivo viene applicata una regola decisionale (*decision rule*), nonché il modo in cui l'incertezza di misura viene presa in considerazione per accettare (conforme) o respingere (non conforme) un risultato ottenuto rispetto a un requisito specifico.

In presenza di un limite normativo, infatti, il risultato analitico non viene interpretato come un valore assoluto, ma viene valutato tenendo conto dell'intervallo di incertezza associato alla misura.

Nei casi in cui tale intervallo si sovrapponga al limite di riferimento, il giudizio di conformità deve essere espresso secondo la regola decisionale adottata dal laboratorio, al fine di garantire un approccio uniforme, trasparente e scientificamente fondato. [37]

¹¹ Ripetibilità: condizione nella quale le misure replicate vengono effettuate sullo stesso campione, utilizzando il medesimo metodo, la stessa strumentazione e lo stesso operatore in un intervallo di tempo limitato.

¹² Riproducibilità: condizione nella quale la stessa misura viene effettuata in laboratori differenti, con operatori e strumentazioni differenti, consentendo di valutare la variabilità complessiva del metodo.

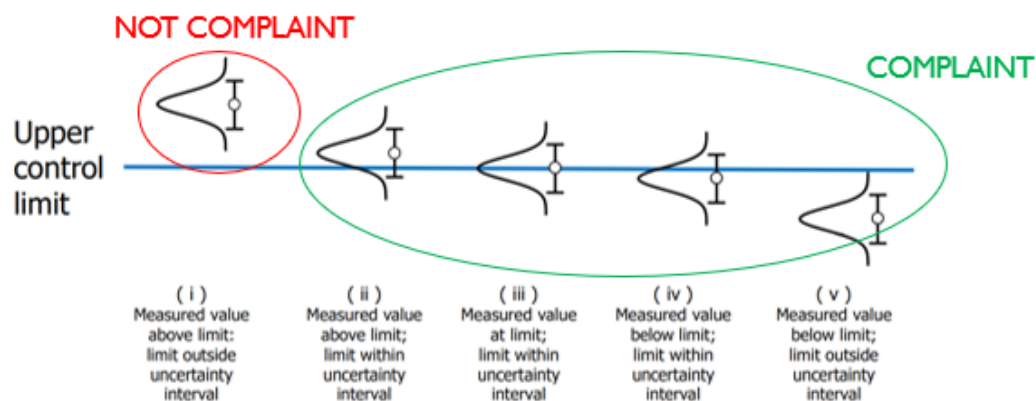


Figura 27: Valutazione della conformità rispetto a un limite superiore tenendo conto dell'incertezza di misura.

Fonte: Gambino G.L., *Food Controls – ICQRF's Activity*, materiale didattico Università di Trento, 2026 - modifica dell'immagine tratta dall' *Eurachem/CITAC Guide: Use of Uncertainty Information in Compliance Assessment (2021)*.

Come illustrato nella Figura 27, il giudizio di conformità non dipende esclusivamente dal valore misurato, ma anche dalla posizione dell'intervallo di incertezza rispetto al limite normativo. Nei casi in cui il risultato superi il limite anche considerando l'incertezza associata, il campione viene considerato non conforme. Viceversa, quando il risultato risulta compatibile con il requisito normativo previsto, il campione può essere considerato conforme secondo la regola decisionale adottata dal laboratorio.

Per rendere operativa la regola decisionale, il laboratorio definisce una banda di protezione (*guard band*), che consente di tenere conto dell'incertezza associata alla misura nel processo di valutazione della conformità. La *guard band* rappresenta una zona di sicurezza posta in prossimità del limite normativo e ha lo scopo di ridurre il rischio di classificazioni errate.

Nell'ambito dei controlli ufficiali, è generalmente appropriato utilizzare una *guard band* pari all'incertezza estesa della misura ($g = U$). In tali condizioni, il giudizio di conformità viene espresso confrontando il risultato analitico (R) e la relativa incertezza estesa (U) con il limite normativo applicabile.

In presenza di un limite superiore, il parametro viene considerato conforme quando il valore risultante dall'applicazione della regola decisionale ($R - U$) risulta inferiore o uguale al limite di riferimento. Al contrario, il parametro viene considerato non conforme quando il valore ($R - U$) supera il limite normativo previsto.

Il giudizio di conformità così ottenuto costituisce il presupposto tecnico per la successiva redazione del rapporto di prova, nel quale vengono riportati i risultati analitici e le conclusioni derivanti dalla loro valutazione. [37]

2.5 Redazione rapporto di prova

Una volta completata la fase di valutazione della conformità, i risultati analitici vengono riportati sul rapporto di prova. Il rapporto di prova che è il documento conclusivo dell'attività analitica e costituisce lo strumento ufficiale di comunicazione dei risultati delle determinazioni effettuate sul campione sottoposto a controllo e alle valutazioni effettuate nell'ambito del controllo ufficiale.

In conformità ai requisiti della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025, il rapporto di prova deve contenere tutte le informazioni necessarie a garantire la completa tracciabilità del campione lungo l'intero percorso analitico e la corretta interpretazione dei risultati e la loro riferibilità al campione esaminato.

Sulla parte iniziale del rapporto di prova sono riportati la descrizione del campione, la data di ricevimento presso il laboratorio, l'identificazione del produttore e dell'azienda presso la quale è stato effettuato il campionamento, nonché il numero e la data del verbale di prelievo e i nominativi degli ispettori responsabili del campionamento. A seguire il documento riporta le informazioni relative all'attività analitica svolta, quali le date di inizio e conclusione delle analisi, le prove eseguite e i metodi di riferimento. I risultati sono riportati con le rispettive unità di misura e con le incertezze di misura ad essi associati, corredate dall'indicazione dell'intervallo di confidenza e del fattore di copertura utilizzato.

La sezione conclusiva del rapporto di prova contiene il giudizio di conformità espresso sulla base dei risultati analitici ottenuti, il riferimento alla normativa applicata e alla regola decisionale adottata dal laboratorio per la valutazione della conformità. Qualora necessario, possono inoltre essere riportate osservazioni tecniche, opinioni o interpretazioni utili alla corretta comprensione dei risultati.

La redazione del rapporto di prova conclude pertanto il percorso analitico del campione all'interno del laboratorio, trasformando i dati ottenuti e validati in un documento ufficiale utilizzabile nell'ambito delle attività di controllo svolte dall'ICQRF. [37]

2.6 Violazioni e sanzioni

Nel sistema dei controlli ufficiali, l'individuazione di una non conformità analitica costituisce il presupposto per l'accertamento di una violazione della normativa vigente. A seguito di ciò, il rapporto di prova elaborato dal laboratorio rappresenta il supporto tecnico-scientifico sul quale si basano le successive valutazioni effettuate dall'autorità competente.

A seconda della natura dell'irregolarità riscontrata, le conseguenze possono consistere nell'applicazione di sanzioni amministrative pecuniarie oppure, nei casi di rilevanza penale, nella trasmissione degli atti all'Autorità Giudiziaria competente.

Le violazioni accertabili nell'ambito dei controlli ufficiali possono riguardare differenti aspetti della filiera vitivinicola, tra cui la conformità dei prodotti, il rispetto delle pratiche enologiche autorizzate, la corretta tenuta della documentazione, la tracciabilità, l'etichettatura e l'impiego delle denominazioni di origine e delle indicazioni geografiche.

In tale contesto, il laboratorio svolge oltre alla funzione tecnico-analitica anche una funzione sanzionatoria. [37]

3. CASI STUDIO REALI

3.1 Introduzione

Dopo aver descritto, nel capitolo precedente, il percorso operativo impiegato nell'ambito dei controlli ufficiali dei prodotti vitivinicoli e le principali metodologie analitiche adottate presso il laboratorio ICQRF di Catania, il presente capitolo riporta l'applicazione pratica attraverso la presentazione e la discussione di casi reali affrontati nel corso delle attività svolte presso il laboratorio.

L'obiettivo del presente capitolo è mostrare come i dati ottenuti mediante le determinazioni chimico fisiche di routine e le analisi isotopiche applicate, vengano utilizzati per la caratterizzazione dei prodotti vitivinicoli, la valutazione della conformità rispetto ai requisiti normativi applicabili e l'individuazione di eventuali anomalie rilevanti ai fini del controllo ufficiale previsti dal Regolamento (UE) 2017/625.

In una prima fase vengono presentati i risultati delle analisi di routine, ottenuti su una serie di campioni analizzati nel corso dell'attività analitica svolta presso il laboratorio, al fine di fornire una panoramica delle principali determinazioni effettuate e della variabilità compositiva osservabile nei prodotti vitivinicoli sottoposti a controllo ufficiale. Successivamente vengono approfonditi tre casi studio rappresentativi, costituiti da un vino rosso generico, un vino IGP rosso Terre Siciliane e un vino DOCG Cerasuolo di Vittoria, per i quali è stata effettuata una valutazione dettagliata della conformità mediante confronto con le informazioni dichiarate, i limiti normativi e i disciplinari di produzione applicabili. Nella parte finale del capitolo viene presentato un caso rappresentativo sottoposto alle analisi isotopiche, evidenziando il contributo di tali metodologie nella verifica dell'autenticità e nell'individuazione di eventuali pratiche fraudolente. Attraverso l'interpretazione dei risultati isotopici ottenuti dalle analisi condotte presso il laboratorio, sarà possibile evidenziare il ruolo di queste tecniche nell'individuazione di possibili anomalie e nella successiva valutazione della conformità del campione rispetto ai valori di riferimento utilizzati nell'ambito dei controlli ufficiali.

Il capitolo si conclude con alcune considerazioni finali volte a mettere in evidenza il contributo complementare delle analisi di routine e delle analisi isotopiche nell'ambito dei controlli ufficiali svolti dall'ICQRF.

Per esigenze di riservatezza e tutela degli operatori del settore sottoposti a controllo ufficiale, i casi studio presentati nel presente capitolo sono stati opportunamente anonimizzati. In particolare, pur mantenendo le informazioni relative alla categorie merceologica e alla denominazione di origine dei prodotti esaminati, indispensabili ai fini della discussione dei risultati e del confronto tra le diverse tipologie di vino considerate, sono stati omessi tutti gli altri elementi che potrebbero consentire l'identificazione delle aziende coinvolte o dei singoli campioni analizzati. Tale approccio risulta coerente con gli obblighi di riservatezza previsti dall'art. 8 del Regolamento (UE) 2017/625, che impone alle autorità competenti di garantire la tutela delle informazioni acquisite nel corso delle attività ispettive e analitiche.

Analogo criterio è stato adottato per la presentazione dei risultati delle analisi isotopiche. In conformità agli obblighi di riservatezza e alla gestione delle banche dati isotopiche di riferimento, non vengono riportati i criteri interni di valutazione e gli intervalli di accettabilità utilizzati ai fini dell'espressione del giudizio di conformità. La discussione dei risultati è pertanto basata sull'interpretazione dei grafici di distribuzione e sull'individuazione di eventuali outlier.

Tali rappresentazioni consentono comunque di evidenziare eventuali scostamenti rispetto alla distribuzione attesa dei campioni di riferimento e di discutere il contributo delle analisi isotopiche nell'ambito della verifica dell'autenticità dei prodotti vitivinicoli.

3.2 Casi reali: analisi di routine

Al fine di descrivere le principali caratteristiche compositive dei campioni esaminati, è stata selezionata una serie rappresentativa di prodotti vitivinicoli sottoposti a controllo ufficiale presso il laboratorio ICQRF di Catania e riportati in forma anonimizzata.

La Tabella 4, di seguito riporta i risultati dei principali parametri analitici e consente di evidenziare la variabilità compositiva osservabile tra differenti prodotti vitivinicoli.

I dati riportati di seguito, rappresentano pertanto una caratterizzazione analitica dei campioni esaminati e costituiscono il punto di partenza per la successiva selezione e discussione dei casi studio oggetto di approfondimento nel presente capitolo.

3.2.1 Presentazione generale dei risultati delle analisi di routine

	Titolo Alcolometrico Volumico	Estratto secco totale	Zuccheri (glucosio + fruttosio)	Glicerolo	Acido tartarico	Acido citrico	Acidità totale	pH	Acidità volatile	Anidride Solforosa Totale	Metanolo
Prog	%vol	g/L	g/L	g/L	g/L	g/L	meq/L	unità di pH	meq/L	mg/L	mg/L
1	12,09	28,2	3,3	8,7	2,1	0,1	68	3,58	0,45	65	146
2	12,3	30,7	10,7	6,6	2,3	0,3	82	3,16	0,3	101	119
3	12,65	23	1,8	9	2,8	0,1	75	3,35	0,35	10	140
4	14,27	21,4	1,5	8,4	2,6	0,2	88	3,28	0,36	29	98
5	13,35	25,3	4,6	6,5	2,4	0,2	81	3,12	0,28	55	137
6	13,44	26,5	0,8	7,3	2,1	0,1	82	3,53	0,19	102	19
7	11,54	29,1	9,5	5,7	1,8	0,5	87	3,33	0,3	107	68

	Titolo Alcolometrico Volumico	Estratto secco totale	Zuccheri (glucosio + fruttosio)	Glicerolo	Acido tartarico	Acido citrico	Acidità totale	pH	Acidità volatile	Anidride Solforosa Totale	Metanolo
Prog	%vol	g/L	g/L	g/L	g/L	g/L	meq/L	unità di pH	meq/L	mg/L	mg/L
8	12,93	25,7	3,4	6,6	2,7	0,2	80	3,38	0,17	65	82
9	13,65	21,2	1,5	5,1	4	0	94	3,04	0,33	48	110
10	12,09	22	3,7	5,3	3,1	0,2	86	3,14	0,25	66	91
11	13,16	32,8	3,5	8,5	2,3	0,1	76	3,56	0,59	86	191
12	13,72	33,3	4,9	10,5	3,1	0,1	78	3,51	0,67	32	195
13	13,55	36	7,9	8,5	2,8	0,1	80	3,34	0,65	37	239
14	13,87	29,5	3,4	7,7	1,7	0,1	61	3,69	0,34	79	194
15	12,59	19,3	1,5	5,8	3,2	0,1	76	3,28	0,3	32	104
16	12,04	26,1	6,6	5,2	3	0,3	77	3,31	0,25	83	105
17	12,86	31,1	4,7	7,6	2,4	0,1	69	3,48	0,41	76	200
18	12,83	26	7,1	5,5	2,2	0,3	67	3,38	0,19	99	108
19	12,14	24,5	5,6	5	2,1	0,2	76	3,41	0,29	124	82
20	11,93	25,7	6,1	6,1	2	0,3	78	3,27	0,23	107	118
21	15,1	24,1	2,3	6,3	2,4	0,2	59	3,62	0,26	52	140
22	11,26	28,7	3,6	7,8	2,1	0,2	63	3,57	0,36	92	155
23	12,26	21,9	2,2	6,1	2,4	0,2	57	3,54	0,15	74	109

	Titolo Alcolometrico Volumico	Estratto secco totale	Zuccheri (glucosio + fruttosio)	Glicerolo	Acido tartarico	Acido citrico	Acidità totale	pH	Acidità volatile	Anidride Solforosa Totale	Metanolo
Prog	%vol	g/L	g/L	g/L	g/L	g/L	meq/L	unità di pH	meq/L	mg/L	mg/L
24	12,03	33,6	3,2	8,8	3,5	0	78	3,57	0,65	37	193
25	13,33	21,7	2,4	5,8	2,8	0,2	71	3,28	0,24	75	117
26	12,42	22,1	2,5	5,9	2,3	0,2	77	3,24	0,32	63	120
27	11,84	21,6	2,2	5,6	2,4	0,2	61	3,46	0,15	91	111
28	11,32	19,4	2,3	5,1	1,6	0,2	60	3,4	0,21	102	100
29	12,41	31	7	5,1	3,1	0	60	3,51	0,1	62	<LR
30	13,6	33	3,3	8,9	2,1	0,1	63	3,75	0,34	42	227
31	10,92	21,1	0,7	5,1	4	0	76	3,25	0,15	35	87
32	13,69	30,7	3,4	8,1	3,2	0	68	3,54	0,49	16	197
33	12,33	30,8	3,3	7,6	2,7	0,1	68	3,63	0,43	70	178
34	13,42	33,5	2,5	9,4	3	0	73	3,7	0,59	42	210
35	11,71	17,9	4	3,3	2	0	81	3,58	1,27	45	63
36	13,45	31,2	3	8,1	2,4	0,1	69	3,58	0,47	82	167
37	12,24	27,1	6,9	5,5	2,4	0,4	84	3,37	0,23	91	98
38	12,48	22,2	1,3	7,1	3,4	0,1	83	3,26	0,39	45	120
39	13,66	21,2	3,7	6	2,3	0,3	73	3,31	0,18	71	88

Tabella 4: Risultati delle principali determinazioni chimico-fisiche di routine effettuate sui campioni vitivinicoli analizzati presso il laboratorio ICQRF di Catania.

Fonte: elaborazione personale su dati analitici ottenuti durante l'attività di tirocinio svolta presso il Laboratorio ICQRF di Catania (2025–2026).

I dati riportati nella Tabella 4 derivano dall'applicazione delle metodologie ufficiali eseguite presso il laboratorio ICQRF di Catania. Le determinazioni sono state eseguite da personale qualificato mediante strumentazione sottoposta a regolari operazioni di verifica, taratura e controllo, in conformità ai requisiti previsti dalla norma UNI/CEI/EN ISO/IEC 17025:2018.

La variabilità dei dati osservata per singoli parametri chimico-fisici riflette la presenza di prodotti appartenenti a differenti categorie qualitative e caratterizzati da specifiche peculiarità compositive e tecnologiche.

L'interpretazione dei risultati analitici sarà sviluppata attraverso la caratterizzazione analitica preliminare dei campioni, la valutazione degli intervalli osservati per i principali parametri chimico-fisici, l'individuazione di eventuali anomalie tecnologiche, il successivo approfondimento e la valutazione delle conseguenze previste dalla normativa vigente. È inoltre opportuno sottolineare che il riscontro di un singolo valore apparentemente anomalo non consente, di per sé, di formulare un giudizio di non conformità al prodotto. La valutazione deve essere effettuata considerando l'insieme dei parametri analitici determinati, le caratteristiche della specifica categoria di prodotto, i limiti normativi applicabili, l'incertezza di misura e gli eventuali elementi documentali disponibili. Solo un'interpretazione integrata di tali informazioni consente di formulare una corretta valutazione nell'ambito del controllo ufficiale. I campioni riportati nella Tabella 4, comprendono differenti tipologie di prodotti vitivinicoli, prevalentemente vini bianchi e vini rossi, riportati in forma anonimizzata. Poiché i risultati ottenuti sono complessivamente dei risultati conformi ai requisiti previsti per le rispettive categorie merceologiche, gli intervalli di variabilità discussi nei paragrafi seguenti sono interpretati in relazione alle caratteristiche tipiche delle diverse tipologie di prodotto e hanno finalità esclusivamente descrittive.

Di seguito vengono discussi i principali parametri chimico-fisici determinati mediante le analisi di routine, con particolare riferimento agli intervalli di variabilità osservati e al loro significato nell'ambito del controllo ufficiale.

Titolo Alcolometrico Volumico (TAV). I valori del TAV si distribuiscono nell' intervallo compreso tra 11,5 – 12 %vol caratteristico di vini con moderato tenore alcolico, destinati generalmente a un consumo più immediato. La fascia compresa tra 12 -13 %vol rappresenta l'intervallo maggiormente riscontrato nei campioni analizzati, mentre valori superiori a 13%vol sono riconducibili a vini più strutturati ottenute da uve caratterizzate da un maggiore grado di maturazione e, conseguentemente, da un più elevato contenuto zuccherino alla vendemmia.

Dal punto di vista tecnologico, un valore di TAV inferiore a quello atteso per la specifica categoria di prodotto può essere associato a una raccolta anticipata delle uve, a una fermentazione incompleta, a un'eventuale diluizione del prodotto oppure ad anomalie del processo produttivo. Al contrario, valori superiori a quelli normalmente riscontrabili possono essere correlati a un più elevato grado di maturazione delle uve, a fenomeni di concentrazione del prodotto o a pratiche enologiche che richiedono ulteriori approfondimenti. In entrambi i casi, l'interpretazione del dato analitico deve essere effettuata congiuntamente agli altri parametri chimico-fisici e, ove necessario, ai risultati delle analisi isotopiche, al fine di confermare o escludere l'eventuale presenza di pratiche non conformi.

Nell'ambito del controllo ufficiale, il confronto tra il valore analiticamente determinato e quello dichiarato in etichetta consente di verificare la correttezza delle informazioni fornite al consumatore e la conformità del prodotto alla normativa vigente.

Estratto secco totale. I valori osservati risultano compresi in un intervallo di 21,2 e 36 g/L, evidenziando una diversa concentrazione delle sostanze non volatili presenti nei vari campioni vitivinicoli in analisi. In generale, valori più elevati possono essere associati a prodotti caratterizzati da un maggiore contenuto di sostanze disciolte, come vini rossi strutturati, mosti o prodotti con zuccheri residui più alti; valori più contenuti invece sono generalmente osservabili in vini secchi, in particolare vini bianchi e spumanti, nei quali il residuo zuccherino e la componente estrattiva risultano molto più limitati.

L'estratto secco totale rappresenta un importante parametro di supporto nella valutazione della composizione e dell'autenticità del vino. Dal punto di vista tecnologico, valori inferiori rispetto a quelli attesi possono essere associati a un eventuale diluizione del prodotto, ad alterazioni della composizione naturale o a incoerenze rispetto alla tipologia dichiarata, richiedendo, in alcuni casi, ulteriori approfondimenti mediante analisi chimico-fisiche e isotopiche. Valori più elevati possono invece essere correlati a un maggiore residuo zuccherino, a una più marcata struttura del vino o ad altre caratteristiche compositive proprie

della matrice analizzata.

Zuccheri (glucosio + fruttosio). Il contenuto di zuccheri risulta compreso in un intervallo tra 0,8 – 10,7 g/L, evidenziando la presenza di campioni caratterizzati da differenti livelli di residuo zuccherino. Nei vini, il contenuto di glucosio e fruttosio dipende dal grado di completamento della fermentazione e dalle caratteristiche tecnologiche del prodotto. I valori osservati risultano complessivamente compatibili con le diverse tipologie di vini analizzate, riflettendo la naturale variabilità della composizione zuccherina in funzione della categoria merceologica e del processo produttivo.

La determinazione del contenuto zuccherino consente di caratterizzare il prodotto e di verificare la coerenza tra la composizione analitica riscontrata e la categoria merceologica dichiarata. Dal punto di vista tecnologico, valori superiori a quelli attesi possono essere associati a un' interruzione della fermentazione alcolica, alla presenza di vini con residuo zuccherino incompatibile con la classificazione dichiarata oppure far ipotizzare l'impiego di zuccheri esogeni, eventualità che richiede conferma mediante le analisi isotopiche del rapporto $\delta^{13}\text{C}$. Al contrario, valori inferiori a quelli normalmente attesi possono essere riconducibili a fermentazioni particolarmente complete, a possibili errori di processo o a una non corretta classificazione commerciale del prodotto. Nell'ambito dei controlli ufficiali, l'interpretazione del contenuto zuccherino viene effettuata congiuntamente agli altri parametri chimico-fisici e alla documentazione di cantina, attraverso la verifica dei registri aziendali, al fine di accertare la conformità del prodotto alle disposizioni normative vigenti.

Glicerolo. I valori di glicerolo, risultano compresi tra 5,1 e 10,5 g/L e sono compatibili con quelli normalmente osservabili nei prodotti ottenuti mediante fermentazione alcolica. Il glicerolo rappresenta uno dei principali prodotti secondari della fermentazione ed è sintetizzato dai lieviti durante la trasformazione degli zuccheri in etanolo. Dal punto di vista tecnologico, contribuisce alla morbidezza, alla rotondità gustativa e alla percezione di corpo e struttura del vino. In generale, i vini rossi presentano concentrazioni mediamente più elevate rispetto ai vini bianchi, in relazione alle diverse condizioni di fermentazione e macerazione. Nell'ambito dei controlli ufficiali, la determinazione del glicerolo consente di acquisire informazioni sul corretto svolgimento della fermentazione alcolica e sulla coerenza compositiva del prodotto.

Acido tartarico e acido citrico. Per quanto riguarda gli acidi organici, l'acido tartarico presenta valori compresi tra 1,7 e 4,0 g/L, mentre l'acido citrico risulta generalmente contenuto, con valori inferiori a 0,5 g/L nella maggior parte dei campioni. L'acido tartarico rappresenta il

principale acido organico caratteristico dell'uva e contribuisce in maniera significativa all'acidità totale, alla stabilità microbiologica e all'equilibrio gustativo. Secondo un approccio tecnologico, valori inferiori a quelli attesi possono essere associati alla precipitazione dei tartrati durante le operazioni di stabilizzazione o alla naturale evoluzione del vino nel corso dell'affinamento. Valori superiori possono invece essere correlati a interventi di acidificazione mediante aggiunta di acido tartarico, pratica enologica consentita dalla normativa vigente purché effettuata entro i limiti previsti e correttamente registrata nei registri di cantina. L'acido citrico invece, è naturalmente presente nel vino in concentrazioni generalmente inferiori rispetto agli altri principali acidi organici e può essere impiegato nell'ambito di specifiche pratiche enologiche autorizzate. Dal punto di vista tecnologico contribuisce alla regolazione dell'acidità, alla stabilità chimica e alle caratteristiche organolettiche del prodotto. Concentrazioni superiori a quelle normalmente riscontrabili possono richiedere ulteriori verifiche sulla corretta applicazione delle pratiche enologiche consentite.

Acidità totale. I valori di acidità totale osservati risultano distribuiti in un intervallo compreso tra 61 e 94 meq/L. Tale distribuzione evidenzia una buona variabilità compositiva tra i campioni, pur mantenendosi entro valori compatibili con le diverse tipologie di prodotti vitivinicoli considerate. L'acidità totale contribuisce alla freschezza, alla stabilità microbiologica ed all'equilibrio sensoriale. Valori inferiori rispetto a quelli attesi possono essere associati a uve eccessivamente mature, squilibri tecnologici o a processi di deacidificazione, mentre valori più elevati possono essere associati a particolari condizioni pedoclimatiche o interventi di acidificazione effettuati nel rispetto della normativa vigente.

pH. I valori di pH rilevati risultano compresi tra 3,04 e 3,75. L'intervallo osservato risulta coerente con quello generalmente riscontrabile nei vini rossi e riflette la naturale variabilità della composizione acida delle diverse matrici considerate.

Il pH rappresenta un parametro fondamentale per la stabilità chimica e microbiologica del vino, influenzando il colore, l'efficacia dell'anidride solforosa e l'evoluzione del prodotto durante l'affinamento. Valori di pH elevati possono contribuire allo sviluppo microbico indesiderato, alla ridotta efficacia della SO_2 e aumentare la suscettibilità del vino alle alterazioni microbiologiche. Secondo l'approccio ispettivo, il pH da solo non può determinare una non conformità, ma rappresenta un importante indicatore di supporto.

Acidità volatile. I valori di acidità volatile risultano generalmente contenuti in un intervallo compreso tra 0,17 e 0,67 meq/L e con una media pari a 0,36 meq/L. La maggior parte dei campioni presenta concentrazioni basse e compatibili con un corretto stato di conservazione

del prodotto. La sua concentrazione fornisce informazioni sullo stato di conservazione del prodotto e sul corretto svolgimento dei processi fermentativi. Concentrazioni elevate rispetto alla media possono indicare alterazioni batteriche, sviluppo di batteri acetici, processi ossidativi, cattiva conservazione o problemi fermentativi.

Nell'ambito dei controlli ufficiali, il pH non costituisce, di per sé, un parametro in grado di determinare una non conformità, ma rappresenta un importante indicatore di supporto, la cui interpretazione viene effettuata congiuntamente agli altri parametri della componente acida.

Anidride solforosa. I valori di anidride solforosa totale osservati nei campioni analizzati risultano compresi tra 10 e 124 mg/L. Le concentrazioni rilevate risultano generalmente compatibili con l'impiego della SO₂ quale agente conservante e antiossidante comunemente utilizzato nella produzione vitivinicola.

Nell'ambito dei controlli ufficiali, la verifica del contenuto di SO₂ totale consente di accertare il rispetto dei limiti previsti dalla normativa vigente. Valori superiori a quelli consentiti possono indicare un impiego eccessivo del conservante e determinare la non conformità del prodotto, con le conseguenti implicazioni previste dalla legislazione di settore.

Metanolo. Le concentrazioni di metanolo rilevate risultano comprese tra 1 e 239 mg/L. La variabilità osservata è compatibile con le differenti caratteristiche delle uve e con le condizioni di macerazione applicate durante la vinificazione. La sua presenza è dipesa infatti dal contatto con le bucce, dai tempi di macerazione e dalla tipologia di vinificazione. In generale, i vini rossi presentano concentrazioni superiori rispetto ai vini bianchi, in ragione del più prolungato contatto del mosto con le bucce. Nell'ambito dei controlli ufficiali, la determinazione del metanolo rappresenta un importante parametro di sicurezza e di conformità normativa. Valori superiori ai limiti previsti possono essere indicativi di anomalie del processo produttivo o di prodotti non conformi ai requisiti di legge e richiedono gli opportuni approfondimenti tecnici e ispettivi previsti dalla normativa vigente.

La Tabella 5 sintetizza gli intervalli di variabilità osservati per i principali parametri chimico-fisici determinati mediante le analisi di routine, riportando per ciascun parametro il principale riferimento normativo o metodologico applicabile e una valutazione preliminare della conformità. Nel complesso, i dati ottenuti risultano compatibili con le caratteristiche attese per le matrici considerate e non evidenziano superamenti dei principali limiti normativi applicabili ai parametri esaminati.

PARAMETRO	INTERVALLO	RIFERIMENTO DI VALUTAZIONE
TAV	10,92 – 15,10	Reg. (UE) 1308/2013, Reg. delegato (UE) 2019/33
Zuccheri	0,7 – 10,7	Reg. (UE) 1308/2013; OIV
Estratto secco	17,9 – 36,0	OIV-MA-AS2- 03B:R2012
Glicerolo	3,3 – 10,5	Metodi OIV
Acido tartarico	1,6 – 4,0	Reg. (UE) 2019/934
Acido citrico	0,0 – 0,5	Reg. (UE) 2019/934
Acidità totale	57,26 – 94,42	Reg. (UE) 1308/2013
pH	3,04 – 3,75	Parametro tecnologico
Acidità volatile	0,10 – 1,27	Reg. (UE) 2019/934
SO ₂	10 – 124	Reg. (UE) 2019/934
Metanolo	1 – 239	L. 238/2016, art. 24

Nota. La colonna che riporta *Riferimento di valutazione* indica il principale riferimento utilizzato per l'interpretazione di ciascun parametro. A seconda del parametro considerato, esso può corrispondere a un limite normativo, a un metodo ufficiale di prova, a una normativa di settore che disciplina il prodotto o le pratiche enologiche, oppure a un parametro tecnologico impiegato come caratterizzazione analitica del campione.

Tabella 5: Intervalli di variabilità, valori medi, principali riferimenti normativi ed esito della valutazione preliminare di conformità dei parametri chimico-fisici determinati sui campioni vitivinicoli analizzati presso il Laboratorio ICQRF di Catania.

Fonte: Elaborazione personale su dati sperimentali ottenuti presso il Laboratorio ICQRF di Catania.

Al fine di illustrare l'applicazione pratica del percorso di valutazione adottato nell'ambito del controllo ufficiale, nei paragrafi successivi vengono presentati tre casi studio rappresentativi, selezionati tra i campioni analizzati.

Prima di procedere alle discussioni dei singoli casi studio, è opportuno precisare i criteri adottati per la valutazione dei risultati riportati nelle tabelle 6-7-8.

Per ciascun parametro analitico sono riportati il risultato analitico (R) e l'incertezza estesa di misura (U)¹³, espressa con un intervallo di confidenza del 95%. Inoltre, dove è previsto è riportata la tolleranza (T)¹⁴ applicabile al parametro considerato. Alla fine, la valutazione della conformità è stata effettuata confrontando i risultati analitici corretti per l'incertezza con il corrispondente valore di riferimento.

A seconda della tipologia di prodotto e del parametro considerato, questo riferimento può essere costituito dal valore dichiarato in etichetta (E), dai limiti di legge (VL), dai requisiti previsti dal disciplinare di produzione (D) oppure, per i vini a denominazione di origine controllata e garantita, anche dai valori riportati nella certificazione analitica (C).

In tabella 6, la colonna $R \pm U$ per VL massimo (VLmax) o minimo (VLmin), riporta il risultato analitico corretto con l'incertezza estesa di misura: nel caso di un limite massimo, viene considerato il valore $R - U$, mentre nel caso di un limite minimo, viene considerato $R + U$, quindi tale valore viene confrontato con il corrispondente limite normativo. In questa colonna vengono riportati i valori corretti per l'incertezza solo dei parametri per i quali la normativa prevede dei limiti, per gli altri che non hanno limiti normativi, quali estratto secco totale, glicerolo, acido tartarico e pH, si riporta la dicitura "n.a." (non applicabile).

La colonna "Dichiarato in etichetta (E) / Limite di legge (VL)" riporta il valore di riferimento utilizzato per la valutazione della conformità. A seconda del parametro considerato, tale riferimento può coincidere con il valore dichiarato in etichetta oppure con il limite minimo (VLmin) o massimo (VLmax) previsto dalla normativa vigente.

La colonna "Confronto" indica il criterio applicato per verificare la conformità del parametro rispetto al relativo valore di riferimento. Nel caso del titolo alcolometrico volumico il confronto viene effettuato rispetto al valore dichiarato in etichetta, tenendo conto della tolleranza prevista dalla normativa per cui i valori limiti sono calcolati come $E \pm T$, mentre per i parametri disciplinati da limiti di legge il confronto consiste nella verifica che il risultato corretto con

¹³ Incertezza estesa (U): parametro che esprime l'intervallo entro il quale è atteso il valore reale del misurando, con un determinato livello di fiducia (95%; $k = 2$).

¹⁴ Tolleranza (T): è lo scostamento massimo ammesso dalla normativa tra il valore dichiarato e quello determinato analiticamente, ove previsto.

l'incertezza estesa rientri nel limite normativi.

Infine, la colonna "Esito" riporta il giudizio finale di conformità ottenuto mediante l'applicazione della regola decisionale adottata dal laboratorio, che per i prodotti vitivinicoli è la seguente:

quando $R - U \leq VL_{\max}$ oppure $R + U \geq VL_{\min}$, il risultato riscontrato è conforme;

quando $R - U > VL_{\max}$ oppure $R + U < VL_{\min}$, il risultato riscontrato è non conforme.

Per il titolo alcolometrico volumico la conformità è verificata applicando la relazione $|R - E| < (U + T)$, nella quale la differenza tra il risultato analitico e il valore dichiarato in etichetta deve risultare inferiore alla somma dell'incertezza estesa di misura e della tolleranza prevista dalla normativa.

Per i prodotti disciplinati da uno specifico disciplinare, la conformità non viene valutata esclusivamente rispetto ai limiti previsti dalla normativa generale o ai valori dichiarati in etichetta, ma anche verificando il rispetto dei requisiti analitici stabiliti dal disciplinare stesso.

Nella tabella 7 la colonna "Disciplinare (D) / Limiti di legge (VL)" riporta pertanto, a seconda del parametro considerato, il valore minimo o massimo previsto dal disciplinare di produzione oppure il limite stabilito dalla normativa vigente.

La regola decisionale non cambia, solo che nel caso di disciplinari il limite di legge è quello indicato dal disciplinare.

Pertanto, per i parametri per i quali sono previsti valori minimi dal disciplinare, la conformità è provata se è verificata la relazione $(R+U) \geq D$, con D valore minimo richiesto (D).

Per i prodotti sottoposti a certificazione, la conformità viene valutata oltre al rispetto ai limiti previsti dalla normativa generale, ai valori dichiarati in etichetta o ai requisiti stabiliti dal disciplinare di produzione, anche verificando la corrispondenza dei risultati analitici con i valori riportati nel certificato di analisi allegato all'attestato di idoneità.

La colonna "Esito [$|R - C| < (U + T)$] o Esito [$|R - E| < (U + T)$]" riporta il giudizio di conformità ottenuto applicando la regola decisionale rispetto al valore di riferimento utilizzato. Quando il confronto viene effettuato con il valore riportato nella certificazione (C), la conformità è verificata accertando che la differenza tra il risultato analitico (R) e il valore certificato (C) risulti inferiore alla somma dell'incertezza estesa di misura (U) e della tolleranza prevista (T). Analogamente, per i parametri dichiarati in etichetta continua ad essere applicata la relazione $(R - E) < (I + T)$.

Le tre tabelle riportate nei paragrafi successivi introducono elementi di confronto in funzione dei requisiti normativi e documentali applicabili alla categoria di prodotto esaminata. La

progressiva integrazione di tali criteri evidenzia come, all'aumentare del livello di tutela e di qualificazione del prodotto vitivinicolo, aumentino anche gli elementi tecnici e documentali considerati nella formulazione del giudizio di conformità nell'ambito del controllo ufficiale.

3.2.2 Campione di vino rosso: valutazione della conformità

Il primo caso studio riguarda un campione di vino rosso generico sottoposto a controllo ufficiale presso il Laboratorio ICQRF. Il campione è stato sottoposto alle principali determinazioni chimico-fisiche previste dalle metodologie ufficiali, al fine di verificare la conformità. I risultati ottenuti sono riportati nella Tabella 6.

Sulla base dei risultati analitici, il campione è stato sottoposto alla valutazione della conformità secondo l'iter adottato nell'ambito dei controlli ufficiali.

Tale valutazione è stata effettuata mediante il confronto con i valori dichiarati in etichetta e con i limiti normativi applicabili, costituendo il presupposto per la formulazione del giudizio finale di regolarità.

Parametro	unità di misura	Risultato (R)	Incertezza estesa (U)	Tolleranza (T)	R + U per VL min R + U per max	Dichiarato in etichetta(E) /limite di legge (VL)	Confronto	Esito
TAV	%vol	12,34	0,12	±0,5	12,22	12,00	$ R-E \leq U+T$	conforme
Estratto secco totale	g/L	25,6	1,1	n.a.	n.a.	n.a.		n.a.
Glicerolo	g/L	6,6	0,5	n.a.	n.a.	n.a.		n.a.
Ac. Tartarico	g/L	2,1	0,5	n.a.	n.a.	n.a.		n.a.
Ac. Citrico	g/L	0,3	0,2		0,1	max 1	$R-U \leq VL_{max}$	conforme
Acidità totale	meq/L	87	3		n.a.	min 46,6	$R+U \geq VL_{max}$	conforme
pH	unità di pH	3,05	0,06		n.a.	n.a.		n.a.
Acidità volatile	meq/L	0,20	0,06		0,14	max 20	$\leq VL_{max}$	conforme
Anidride Solforosa Totale	mg/L	106	11		95	max 150	$\leq VL_{max}$	conforme
Metanolo	mg/L	79	15		64	max 350 mg/L	$\leq VL_{max}$	conforme

Tabella 6: Valutazione analitica del campione di vino rosso mediante confronto tra risultati sperimentali, incertezza di misura, limiti normativi ed esito del confronto.

Fonte: elaborazione personale su dati analitici ottenuti nell'ambito delle attività di controllo ufficiale svolte presso il Laboratorio ICQRF di Catania.

Il TAV rappresenta il principale parametro oggetto di confronto con quanto dichiarato in etichetta. Nel campione in esame è stato determinato un valore pari a 12,34 %vol, superiore al valore dichiarato di 12 %vol. Per la valutazione, confrontiamo il valore riscontrato meno l'incertezza (12,34-0,12) con la somma del valore dichiarato in etichetta con la tolleranza, per cui risulta verificata la relazione $(R - U) \leq (E + T)$. Pertanto, secondo la regola decisionale adottata dal laboratorio, il parametro risulta essere conforme. La corrispondenza tra il valore analiticamente determinato e quello dichiarato in etichetta conferma la correttezza delle informazioni fornite al consumatore e il rispetto dei requisiti previsti dalla normativa in materia di etichettatura dei prodotti vitivinicoli.

Per quanto riguarda l'acido citrico, il valore determinato è risultato pari a 0,3% g/L, inferiore al limite massimo previsto dalla normativa (1 g/L) anche senza considerare l'incertezza estesa di misura, il parametro risulta conforme e compatibile con i valori normalmente riscontrabili nei prodotti vitivinicoli.

L'acidità volatile è risultata pari a 0,20 meq/L, valore ampiamente inferiore al limite normativo previsto.

L'acidità totale è risultata pari a 87 meq/L, valore ampiamente superiore al limite normativo minimo previsto.

Per quanto riguarda l'anidride solforosa totale, il contenuto determinato è pari a 106 mg/L, inferiore al limite massimo di 150 mg/L previsto per la categoria di prodotto.

Analogamente, il contenuto di metanolo, pari a 79 mg/L, risulta notevolmente inferiore al limite normativo di 350 mg/L.

Per quanto riguarda l'estratto secco totale (25,6 g/L), il glicerolo (6,6 g/L), l'acido tartarico (2,1 g/L), l'acidità totale (87 meq/L) e il pH (3,05), tali parametri non sono soggetti a specifici limiti normativi di conformità e, pertanto, nella Tabella 6 sono indicati come **n.a.** nelle colonne relative alla valutazione della conformità. Essi rappresentano tuttavia importanti indicatori della composizione chimico-fisica del vino e contribuiscono alla caratterizzazione complessiva del campione in esame. I valori riscontrati risultano coerenti con la tipologia di prodotto analizzata e non evidenziano anomalie tali da richiedere ulteriori approfondimenti. Sebbene tali parametri non consentano, singolarmente, di esprimere un giudizio di conformità, essi assumono un ruolo nell'interpretazione complessiva del profilo analitico del campione e costituiscono elementi di supporto nella valutazione finale.

In conformità all'iter operativo adottato nell'ambito del controllo ufficiale, i risultati ottenuti vengono riportati nel rapporto di prova, comprensivi dei metodi analitici impiegati,

dell'incertezza estesa di misura e del relativo giudizio di conformità. Non essendo emerse criticità analitiche o documentali, il procedimento si conclude senza la necessità di ulteriori approfondimenti ispettivi né dell'adozione di provvedimenti amministrativi.

3.2.3 Campione IGP rosso Terre Siciliane: valutazione della conformità

Il secondo caso studio riguarda un campione di vino a Indicazione Geografica Protetta (IGP) che è stato sottoposto alle principali determinazioni chimico-fisiche previste dalle metodologie ufficiali, al fine di verificarne la conformità rispetto ai requisiti previsti dalla normativa vigente e dal disciplinare di produzione. L'interpretazione dei risultati riportati nella Tabella 7 è stata effettuata secondo il medesimo iter di valutazione descritto nel caso precedente, tenendo conto anche dei requisiti previsti dal disciplinare di produzione.

Parametro	Unità di misura	Risultato (R)	Incertezza estesa (U)	Tolleranza (T)	Dichiarato in etichetta	Disciplinare (D) /limite di legge (VL)	Esito [$ R-U > D$]	Esito [$ R-E < (U+T)$ o $R \pm U$ per VL min o max]
TAV	%vol	12,19	0,12	$\pm 0,5$	12,50	10,50 min	Conforme	Conforme
Estratto non riduttore	g/L	23,7	1,1			17,0 min	Conforme	Conforme
Estratto secco totale	-	23,7	1,1				n.a.	n.a.
Zuccheri	g/L	<0,3	n.a.				n.a.	n.a.
TAV totale	%vol	12,19	0,12			11,0 min	Conforme	Conforme
Glicerolo	g/L	4,6	0,5				n.a.	n.a.
AC. Tartarico	g/L	2,3	0,5					
Ac. Citrico	g/L	< 0,2	0,2			max 1		Conforme
Acidità totale	g/L ac. Tartarico	6,8	0,3			3,5 g/l min	Conforme	
Acidità volatile	Meq/L	33,80	0,90			max 20		Non conforme

Tabella 7: Valutazione analitica del campione di vino rosso IGP Terre Siciliane mediante confronto tra risultati sperimentali, incertezza di misura, disciplinare di produzione, limiti normativi ed esito del confronto.

Fonte: elaborazione personale su dati analitici ottenuti nell'ambito delle attività di controllo ufficiale svolte presso il Laboratorio ICQRF di Catania.

Il TAV determinato è risultato pari a 12,19 %vol, quindi inferiore al valore dichiarato in etichetta pari al 12,50 %vol. Questo scostamento osservato rientra nella tolleranza prevista dalla normativa vigente ($\pm 0,5$ % vol) e, considerando l'incertezza estesa di misura secondo le regole adottate dal laboratorio, il campione risulta essere conforme rispetto a quanto dichiarato in etichetta.

Trattandosi di un vino a Indicazione Geografica Protetta (IGP), il TAV è stato inoltre confrontato con il valore minimo previsto dal disciplinare (10,50 %vol), che è rispettato essendo il valore riscontrato superiore a 10,50.

La stessa valutazione è stata effettuata per il titolo alcolometrico volumico totale, pari a 12,19 %vol. Non essendo un parametro dichiarato in etichetta, il confronto è stato eseguito esclusivamente rispetto al valore minimo di 11,00 % vol previsto dal disciplinare di produzione. Anche in questo caso, il risultato riscontrato, superiore al limite del 11%, conferma il rispetto dei requisiti disciplinari e la conformità del parametro.

Oltre ai parametri visti in precedenza, l'estratto non riduttore e l'acidità totale sono stati confrontati con i valori minimi previsti dal disciplinare di produzione. Entrambi i parametri sono risultati superiori ai requisiti minimi richiesti, confermando la loro conformità rispetto alle caratteristiche analitiche previste dal disciplinare. In particolare, l'estratto non riduttore è risultato pari a 23,7 g/L, superiore al valore minimo di 17,0 g/L, mentre l'acidità totale, pari a 6,8 g/L, soddisfa ampiamente il requisito minimo di 3,5 g/L previsto dal disciplinare.

Per quanto riguarda l'acido citrico, il valore ottenuto è risultato inferiore allo 0,2 g/L a fronte di un limite massimo pari a 1 g/L, pertanto conforme.

In riferimento ai parametri quali l'estratto secco totale, gli zuccheri, il glicerolo e l'acido tartarico, queste determinazioni non sono associate a specifici criteri decisionali di conformità (n.a.). Essi, pertanto, contribuiscono alla caratterizzazione chimico-fisica del campione e rappresentano elementi di supporto nell'interpretazione complessiva dei restanti parametri.

L'acidità volatile ha evidenziato invece, un valore pari a 33,80 meq/L, superiore al limite massimo di 20 meq/L previsto dalla normativa. Considerando anche l'incertezza estesa di misura, secondo le regole decisionali del laboratorio, il parametro risulta non conforme. Pertanto, sul rapporto di prova verrà riportato una dichiarazione di conformità del tipo:

“Relativamente alle determinazioni eseguite, il campione analizzato è irregolare perché il valore dell'acidità volatile riscontrato ($33,80 \pm 0.9$ meq/l) è superiore al limite massimo (20 meq /l) previsto nell'Allegato I, Parte C, punto 1, lettera c) del Reg. (CE) n. 934/2019”.

Pertanto, l'ICQRF dopo aver verificato che per il prodotto non è applicabile la diffida, perché per esempio il prodotto è stato venduto, procede all'avvio dell'iter sanzionatorio, per accertamento della violazione all' Art. 24 comma 7 della Legge n. 238 del 12 dicembre 2016 in riferimento all' Allegato I Parte C, punto 1 lettera c) del Reg. CE n. 934/2019.

Per tale violazione è prevista la sanzione indicata all' Art. 73 comma 5 lettera a) della Legge n. 238 del 12 dicembre 2016, che va da 600 a 3000 euro.

3.2.4 Campione DOCG Cerasuolo di Vittoria: valutazione della conformità

Parametro	Unità di misura	Risultato (R)	Incertezza estesa (U)	Tolleranza (T)	Dichiarato in etichetta	Disciplinare (D)	Certificazione (C)	Esito [R-U > D]	Esito [R-C < (U+T)] o Esito [R-E < (U+T)]
TAV	%vol	13,38	0,13	±0,5	13,50	13,00 min	13,52	Conforme	Conforme
TAV totale	%vol	13,51	0,13	±0,5			13,58	Conforme	Conforme
Estratto secco totale	g/L	33,3	1,1				32,6		Conforme
Zuccheri	g/L	2,2	0,4				2,0		Conforme
Estratto secco non riduttore	g/L	31,1	1,3			27,0 min	31,4	Conforme	Conforme
Acidità totale	g/L ac. Tartarico	6,3	0,3	±0,5		5,0 min	6,8	Conforme	Conforme

Tabella 8: Valutazione analitica del campione di Cerasuolo di Vittoria DOCG mediante confronto tra risultati sperimentali, incertezza di misura, disciplinare di produzione, certificazione analitica e giudizio preliminare di conformità.

Fonte: elaborazione personale su dati analitici ottenuti nell'ambito delle attività di controllo ufficiale svolte presso il Laboratorio ICQRF di Catania.

Il terzo caso studio riguarda un campione di Cerasuolo di Vittoria DOCG sottoposto a controllo ufficiale presso il Laboratorio ICQRF di Catania, sottoposto alle principali determinazioni chimico-fisiche per verificare la sua conformità. L'interpretazione dei risultati segue lo stesso iter sviluppato in precedenza, integrando il confronto con i requisiti previsti dal disciplinare di produzione e con i valori riportati nella certificazione analitica, ulteriori elementi di verifica per i vini DOCG.

Il TAV determinato risulta pari a 13,30 %vol, rispetto a quello dichiarato in etichetta pari a 13,50 %vol e, considerando l'incertezza estesa di misura e la tolleranza prevista, il parametro risulta conforme rispetto a quanto dichiarato in etichetta.

Essendo un vino DOCG, il TAV è stato confrontato con il valore minimo riportato all'interno del disciplinare pari a 13 % vol, confermando la conformità del parametro anche rispetto al disciplinare. Si riporta un ulteriore livello di verifica, rappresentato dal confronto del risultato con il valore riportato nel certificato di analisi allegato all'attestato di idoneità, pari a 13,45 %vol. Applicando la relazione $|R - C| < (U + T)$ prevista per l'esito, lo scostamento tra il risultato analitico e il valore certificato risulta compatibile con l'incertezza estesa di misura e con la tolleranza prevista dalla normativa, confermando la piena coerenza tra il campione analizzato e la certificazione rilasciata.

Stessa valutazione anche per il TAV totale, risultando pari a 13,51 %vol. Il parametro non essendo riportato in etichetta, è confrontato con il valore minimo previsto dal disciplinare confermando la conformità del parametro rispetto ai requisiti disciplinari e con il valore riportato nella certificazione analitica, pari a 13,58 % vol. Applicando la relazione $|R - C| < (I + T)$, lo scostamento tra il risultato analitico e il valore certificato risulta inferiore alla somma dell'incertezza estesa di misura e della tolleranza prevista dalla normativa, confermando la conformità del parametro anche rispetto alla certificazione.

Per quanto riguarda l'estratto secco totale, il valore riscontrato risulta pari a 33,3 g/L mentre il valore certificato è di 32,6 g/L, la loro differenza è inferiore all'incertezza di misura associata alle determinazioni analitiche, confermando la coerenza tra il risultato ottenuto e quello certificato.

Il contenuto di zuccheri pari a 2,2 g/L considerata l'incertezza risulta coerente con il valore certificato (2 g/L), confermando la conformità del parametro.

Per l'estratto secco non riduttore e l'acidità totale sono stati sottoposti al confronto con i requisiti previsti sia dal disciplinare che dalla certificazione. L'estratto secco non riduttore,

pari a 31,1 g/L, risulta superiore al valore minimo di 27 g/L e molto simile al valore certificato (31,4 g/L). Analogamente, l'acidità totale pari a 6,3 g/L (acido tartarico) raggiunge il minimo disciplinare pari a 5 g/L e risulta in linea con il valore riportato nella certificazione di 6,8 g/L. L'applicazione delle relazioni previste per la valutazione della conformità conferma, per entrambi i parametri, il rispetto sia dei requisiti disciplinari sia dei valori certificati.

Tutti i parametri analitici esaminati risultano conformi ai valori dichiarati in etichetta, ai requisiti previsti dal disciplinare e ai valori riportati nella certificazione. Il presente caso studio evidenzia come, per i vini a Denominazione di Origine Controllata e Garantita, il controllo ufficiale si sviluppi attraverso un sistema di verifiche progressive che integra il confronto con la normativa vigente, il disciplinare di produzione e la certificazione analitica, garantendo un elevato livello di tutela dell'autenticità e della qualità del prodotto.

3.2.5 Confronto tecnologico e compositivo dei campioni esaminati

Dopo aver analizzato singolarmente i tre casi studio dal punto di vista della conformità, risulta interessante confrontare le loro caratteristiche compositive, al fine di evidenziare le differenze tecnologiche e qualitative rispettivamente alle singole categorie considerate. Il confronto si sviluppa prendendo in esame i principali parametri chimico-fisici.

Il TAV rappresenta uno dei parametri principali utilizzati per caratterizzare un vino dal punto di vista tecnologico, in quanto risulta correlato alla quantità di alcol etilico prodotta durante la fermentazione degli zuccheri e questo dipende dal grado di maturazione delle uve, dalla concentrazione zuccherina del mosto e dalla gestione del processo di vinificazione.

Dal confronto dei tre campioni analizzati emerge una differenza sul contenuto alcolico. Il vino rosso generico presenta un titolo alcolometrico pari a 12,34 % vol, mentre il vino IGP Terre Siciliane mostra un valore di 12,19 % vol, sostanzialmente analogo. Il Cerasuolo di Vittoria DOCG, invece, evidenzia un titolo alcolometrico superiore (13,38 % vol), compatibile con le caratteristiche qualitative richieste per questa denominazione. Nel caso del Cerasuolo di Vittoria, questa differenza risulta coerente con le caratteristiche produttive richieste dal disciplinare, contribuendo alla struttura, a corpo e alla complessità sensoriale richiesta.

L'estratto secco costituisce un importante indicatore della struttura e della complessità compositiva del vino e dal confronto tra i campioni in esame si evidenzia una differenza progressiva. Il vino rosso generico presenta un valore pari a 25,6 g/L, mentre il vino IGP Terre Siciliane evidenzia un contenuto leggermente inferiore (23,7 g/L). Il Cerasuolo di Vittoria DOCG, invece, presenta il valore più elevato (33,3 g/L), indice di una maggiore concentrazione

delle componenti estrattive. Un maggiore estratto secco è associato a una maggiore struttura e corpo e da buone pratiche di vinificazione in grado di preservare e valorizzare le componenti non volatili del prodotto. Il valore osservato nel campione DOCG risulta pertanto coerente con le caratteristiche qualitative richieste per questa tipologia di vino e contribuisce alla definizione del suo profilo compositivo.

L'acidità totale rappresenta un parametro rilevante per il confronto tecnologico dei campioni, in quanto contribuisce all'equilibrio gustativo, alla freschezza e alla stabilità microbiologica del vino. Nei campioni IGP Terre Siciliane e Cerasuolo di Vittoria DOCG, i valori osservati risultano rispettivamente pari a 6,8 g/L e 6,3 g/L, espressi come acido tartarico, e soddisfano i requisiti minimi previsti dai rispettivi disciplinari di produzione. Il campione DOCG presenta un valore leggermente inferiore rispetto al campione IGP, pur mantenendosi in un intervallo in linea con le sue caratteristiche compositive.

L'acidità volatile rappresenta uno dei parametri maggiormente distintivi nel confronto tra i tre campioni analizzati. Dal punto di vista tecnologico costituisce un importante indicatore dello stato evolutivo del vino e del corretto svolgimento delle fasi di vinificazione e conservazione. La conformità risulta essere presente per i due campioni in esame e carente nel campione IGP che ha richiesto l'attivazione dell'iter sanzionatorio.

Nel complesso il Cerasuolo di Vittoria DOCG si distingue per il più elevato titolo alcolometrico e per il maggiore contenuto di estratto secco, caratteristiche coerenti con i requisiti previsti dal disciplinare di produzione e indicative di una maggiore struttura del prodotto. Il vino IGP Terre Siciliane presenta invece caratteristiche simili al vino generico, pur evidenziando una non conformità.

3.3 Casi reali: analisi isotopiche

Il presente paragrafo approfondisce l'applicazione delle analisi isotopiche nell'ambito dei controlli ufficiali sui prodotti vitivinicoli. Queste determinazioni costituiscono uno degli strumenti più efficaci per la verifica dell'autenticità del prodotto in questione, consentendo di individuare eventuali pratiche fraudolente non rilevabili utilizzando solo le analisi compositive tradizionali.

Il campione scelto è stato sottoposto alla determinazione dei principali rapporti isotopici impiegati nel controllo ufficiale dei prodotti vitivinicoli, comprendenti i rapporti isotopici D/H e $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ($\delta^{13}\text{C}$) dell'etanolo e $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ ($\delta^{18}\text{O}$) dell'acqua del vino.

3.3.1 Risultati delle determinazioni isotopiche

Il caso studio riguarda un campione di vino sottoposto ad analisi isotopiche nell'ambito del controllo ufficiale presso il Laboratorio ICQRF di Catania. Il campione presenta origine geografica e annata dichiarate e documentate.

La Tabella 9 riporta i risultati isotopici ottenuti sul campione in esame, comprensivi dell'incertezza estesa di misura.

Caso studio di sospetto zuccheraggio mediante aggiunta di zuccheri di origine C₄ e annacquamento.

Rapporto isotopico	Molecole	Metodo ufficiale	Valore	Incetezza estesa (U)	Tecnica
(D/H)I (ppm)	Etanolo	OIV-MA-AS311-05:R2011	109.02	0.70	SNIF-NMR
(D/H)II (ppm)	Etanolo	OIV-MA-AS311-05:R2011	128.03	1.24	SNIF-NMR
$\delta^{13}\text{C}$ (‰ vs v-PDB)	Etanolo	OIV-MA-AS312-06:R2009	-18.16	0.52	EA-IRMS
$\delta^{18}\text{O}$ (‰ vs v-SMOW)	Acqua	OIV-MA-AS2-12:R2009	-3.15	0.33	EA-IRMS

Tabella 9: Risultati delle determinazioni isotopiche effettuate sul campione di vino sottoposto a controllo ufficiale presso il Laboratorio ICQRF di Catania.

Fonte: Gambino L., materiale didattico relativo alle attività del laboratorio ICQRF di Catania, Università degli Studi di Trento.

A differenza delle analisi chimico-fisiche dove il giudizio di conformità deriva dal confronto mediante i limiti normativi previsti, nelle analisi isotopiche questo confronto viene effettuato rispetto a degli intervalli di variabilità naturale dei rapporti isotopici determinati sui campioni di riferimento della Banca dati ufficiale di dati isotopici costituita secondo i Reg. (UE) 273/2018 e 274/2018. Per cui, in base alle informazioni sull'origine geografica e annata del prodotto, vengono selezionati i campioni di riferimento e quindi vengono calcolati gli intervalli di variabilità naturale, tenendo conto della distribuzione statistica dei dati.

L'obiettivo della valutazione isotopica è quello di verificare la compatibilità del profilo isotopico

del campione con quello dei campioni di riferimento. La presenza di eventuali scostamenti possono evidenziare possibili anomalie riconducibili a pratiche fraudolente.

La prima verifica dei risultati viene effettuata confrontando singolarmente ciascun rapporto isotopico ottenuto con il corrispondente intervallo di variabilità naturale, definito con un livello di confidenza del 95%. Per motivi di riservatezza richiesti dalla normativa europea, viene fatta una rappresentazione grafica dei valori dei campioni di riferimento senza riportare i valori.

Nella Figura 28 sono riportati i valori di $\delta^{13}\text{C}$ versus $(\text{D}/\text{H})_{\text{I}}$ e nella Figura 29 quelli di $\delta^{18}\text{O}$ versus $(\text{D}/\text{H})_{\text{I}}$.

3.3.2 Interpretazione dei parametri isotopici

Nella Figura 28 sono presenti i punti blu che rappresentano la distribuzione dei campioni di riferimento, mentre il rombo rosso con due piccoli segmenti, identifica il campione sottoposto a controllo ufficiale con le incertezze relative ai due parametri. La zona delimitata dai segmenti verdi delimita l'area di variabilità naturale, calcolata secondo un approccio univariato¹⁵, al momento l'unico approccio che ha valore legale, in quanto per gli approcci bivariati e multivariati non ci sono né metodi ufficiali né metodi validati. Osservando il grafico in questione si evidenzia come il campione in esame si colloca totalmente al di fuori dell'area di variabilità dei campioni di riferimento mostrando un comportamento isotopico incompatibile con quello atteso per vini autentici aventi la medesima origine geografica e annata. Lo scostamento riguarda il rapporto isotopico $\delta^{13}\text{C}$ dell'etanolo in associazione al rapporto $(\text{D}/\text{H})_{\text{I}}$ ed è indicativo di una possibile aggiunta di zuccheri di origine C_4 , pratica riconducibile al fenomeno dello zuccheraggio. [37]

¹⁵ Descritto nella norma UNI 11893:2022: Food and Feed - Univariate statistical analysis for authenticity assessment by databases)

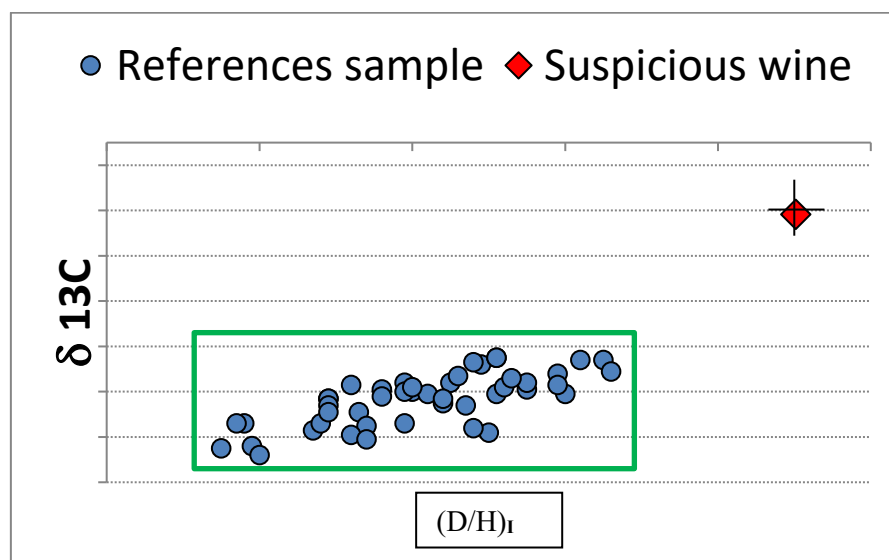


Figura 28: Grafico del rapporto isotopico $\delta^{13}\text{C}$ dell'etanolo in funzione del rapporto isotopico $(\text{D}/\text{H})_I$.

Fonte: Gambino L., materiale didattico relativo alle attività del laboratorio ICQRF di Catania, Università degli Studi di Trento.

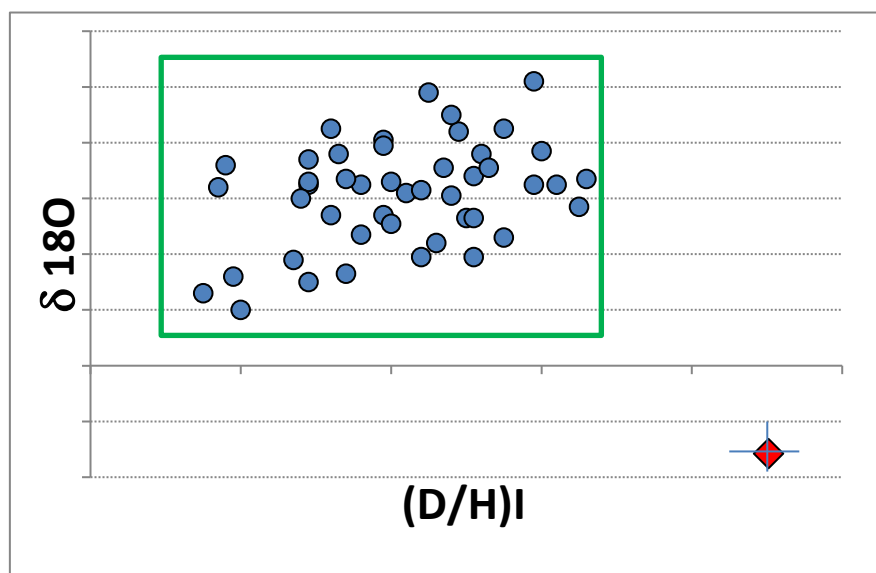


Figura 29: Grafico del rapporto isotopico $\delta^{18}\text{O}$ dell'acqua del vino in funzione del rapporto isotopico $(\text{D}/\text{H})_I$.

Fonte: Gambino L., materiale didattico relativo alle attività del laboratorio ICQRF di Catania, Università degli Studi di Trento.

Anche nella Figura 29 i punti blu rappresentano la distribuzione dei campioni di riferimento, il rombo rosso identifica il campione sottoposto a controllo ufficiale e la zona delimitata dai segmenti verdi indica l'area di variabilità naturale. Analizzando la figura nel dettaglio si evidenzia come il campione in esame si collochi al di fuori dell'area di variabilità naturale mostrando quindi un comportamento isotopico incompatibile con quello atteso per i vini di riferimento. Lo scostamento del rapporto isotopico $\delta^{18}\text{O}$ dell'acqua del vino è compatibile con una variazione della composizione isotopica dell'acqua, riconducibile alla pratica enologica non consentita di annacquamento.

3.3.3 Valutazione della conformità

Nei grafici delle Figure 28-29 sul punto rosso del campione sottoposto a controllo sono riportate le incertezze relative ai due parametri, per cui anche visivamente è evidente la condizione di non conformità rispetto ai criteri di autenticità definiti in base alla banca dati. La regola decisionale adottata dal laboratorio è la stessa di quella già riportata nei paragrafi precedenti. I risultati mostrati del rapporto isotopico $\delta^{13}\text{C}$ dell'etanolo risultano con un fenomeno di zuccheraggio mediante l'aggiunta di zuccheri di origine C4 (canna da zucchero e/o mais) mentre i risultati relativi al rapporto isotopico $\delta^{18}\text{O}$ dell'acqua del vino indicano una modificazione della composizione isotopica compatibile con un fenomeno di annacquamento.

Come da prassi per l'iter analitico dell'ICQRF, in seguito all'interpretazione dei risultati, il laboratorio procede alla redazione del rapporto di prova, e quindi nel caso di non conformità si avvia l'iter sanzionatorio. Nel caso in esame si identifica una violazione delle pratiche enologiche, disciplinate dall'articolo 80 del Regolamento (UE) n. 1308/2013. In particolare, risultano richiamate le disposizioni che sono contenute nell'*Allegato VIII, Parte I, lettera B, paragrafo 3*, relativo all'impiego di zuccheri nelle pratiche enologiche per cui non è ammessa l'aggiunta di saccarosio in Italia, e nell'*Allegato VIII, Parte II, lettera A, paragrafo 1*, per cui tutte le pratiche enologiche autorizzate escludono l'aggiunta di acqua.

L'articolo 70 della Legge 12 dicembre 2016, n. 238, concernente le violazioni in materia di pratiche enologiche, al comma 7 stabilisce che, salvo che il fatto costituisca reato, chiunque violi i limiti, le condizioni e gli altri requisiti relativi alle pratiche e ai trattamenti enologici previsti dall'articolo 80 e dall'Allegato VIII del Regolamento (UE) n. 1308/2013 è soggetto a una sanzione amministrativa pecuniaria: da 7.500 a 45.000 Euro

4. CONCLUSIONI

Il presente lavoro di tesi ha consentito di approfondire il ruolo dei metodi ufficiali nell'ambito del controllo sui prodotti vitivinicoli e l'esperienza di tirocinio ha permesso di osservare come il controllo ufficiale dell'ICQRF non si limiti solo all'esecuzione delle determinazioni analitiche, ma si concretizzi in un processo lungo e articolato, che si snoda dall'accettazione del campione alla redazione del rapporto di prova ed eventuale sanzione.

L'attività dei laboratori si fonda sull'impiego di procedure standardizzate e su un sistema di gestione della qualità conforme alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025. La completa tracciabilità del procedimento analitico, attraverso per esempio il controllo del buon funzionamento e/o tarature degli strumenti, l'uso di materiali di riferimento e l'associazione dell'incertezza di misura ai risultati, rappresenta un elemento indispensabile per garantire l'affidabilità del dato analitico.

I risultati ottenuti dalle analisi chimico-fisiche di routine hanno evidenziato la variabilità compositiva delle differenti matrici vitivinicole in esame. Nel complesso i valori osservati sono risultati compatibili con le caratteristiche attese in relazione alle tipologie di prodotti considerati, senza superamenti dei principali limiti normativi. Le determinazioni di routine si sono dimostrate pertanto fondamentali sia per la caratterizzazione del profilo compositivo dei vini, sia per l'individuazione preliminare di eventuali non conformità.

L'analisi dei tre casi studio ha dimostrato come la valutazione della conformità assuma una diversa complessità in relazione alla categoria di prodotto in analisi. Per il vino rosso generico, il confronto è stato effettuato con i limiti normativi e le dichiarazioni in etichetta con giudizio complessivo di conformità. Nel caso del vino IGP Terre Siciliane, l'analisi ha evidenziato una non conformità relativa all'acidità volatile, dimostrando come anche un singolo parametro possa determinare l'avvio del relativo iter previsto dalla legislazione. Per il Cerasuolo di Vittoria DOCG, invece, la valutazione ha richiesto l'integrazione della normativa generale, del disciplinare di produzione, delle dichiarazioni riportate in etichetta e dei valori contenuti nel certificato di analisi allegato all'attestato di idoneità alla DOCG. Tutti i parametri presi in considerazione sono risultati coerenti con i riferimenti applicati, dichiarando la conformità del campione. I tre casi hanno quindi evidenziato come, all'aumentare del livello di qualificazione e tutela del prodotto, aumentino anche gli elementi tecnici e documentali necessari per l'espressione del giudizio di conformità.

Le analisi isotopiche invece, hanno rappresentato un ulteriore livello di approfondimento, rivolto in particolare alla verifica dell'autenticità e all'individuazione di pratiche enologiche non consentite, che non sempre riescono ad essere rilevate tramite le analisi di routine. Nel caso esaminato, il confronto dei rapporti isotopici con i campioni di riferimento ha evidenziato che il valore del rapporto isotopico $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ dell'etanolo è risultato indicativo dell'aggiunta di zuccheri provenienti da piante a ciclo fotosintetico di tipo C_4 , mentre il rapporto isotopico $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ dell'acqua presente nel vino ha mostrato una variazione compatibile con una pratica di annacquamento. Le due anomalie hanno condotto alla formulazione di un giudizio di non conformità e al successivo avvio dell'iter sanzionatorio previsto dalla legislazione.

I risultati ottenuti mostrano pertanto che le analisi di routine e le analisi isotopiche non devono essere considerate come strumenti alternativi, ma come analisi complementari. Le prime consentono di effettuare lo screening e la caratterizzazione chimico-fisica del campione, verificando il rispetto dei principali requisiti compositivi e normativi. Le metodologie isotopiche permettono invece di verificare l'autenticità del prodotto, in termini di origine geografica, annata e l'uso di trattamenti enologici non consentiti, mediante il confronto con i valori dei campioni di riferimento della banca dati ufficiale dei dati isotopici.

In conclusione, il lavoro svolto ha evidenziato il ruolo essenziale dell'ICQRF. L'affidabilità dei metodi applicati, il confronto con i riferimenti normativi e la redazione del rapporto di prova consentono pertanto di tutelare il consumatore, garantire la correttezza degli scambi commerciali e salvaguardare le produzioni di qualità, contribuendo concretamente alla prevenzione e al contrasto delle frodi nel settore vitivinicolo.

Bibliografia

- [1] ICQRF. Report attività 2024. Ministero dell'Agricoltura, della Sovranità Alimentare e delle Foreste, **2024**. <https://www.masaf.gov.it/flex/cm/pages/ServeBLOB.php/L/IT/IDPagina/23066> (ultimo accesso: 19 gennaio 2026).
- [2] MASAF – Ministero dell'agricoltura, della sovranità alimentare e delle foreste. Sito istituzionale. **2026**. <https://www.masaf.gov.it/flex/cm/pages/ServeBLOB.php/L/IT/IDPagina/202> (ultimo accesso: 20 gennaio 2026).
- [3] Regolamento (UE) 2017/625 del Parlamento europeo e del Consiglio, del 15 marzo 2017, relativo ai controlli ufficiali. Gazzetta Ufficiale dell'Unione Europea, L 95, **2017**.
- [4] Alrashed, M. et al. The Perils of Methanol Exposure: Insights into Toxicity and Clinical Management. *Toxics*, **2024**, 12(12), 924.
- [5] Notizie di Gusto. 1986: l'Italia scopre lo scandalo del vino al metanolo. **2026**. <https://www.notiziedigusto.it/1986-litalia-scopre-lo-scandalo-del-vino-al-metanolo/> (ultimo accesso: 18 febbraio 2026).
- [6] Coldiretti. Vino: 30 anni fa lo scandalo del metanolo, 23 vittime. **2026**. <https://www.coldiretti.it/salute-e-sicurezza-alimentare/vino-30-anni-fa-lo-scandalo-del-metanolo-23-vittime> (ultimo accesso: 18 febbraio 2026).
- [7] Decreto-Legge 18 giugno 1986, n. 282. Misure urgenti in materia di prevenzione e repressione delle sofisticazioni alimentari. Gazzetta Ufficiale della Repubblica Italiana, Serie Generale n. 141 del 20 giugno **1986**, convertito con modificazioni dalla Legge 7 agosto 1986, n. 462.
- [8] Legge 7 agosto 1986, n. 462. Conversione in legge, con modificazioni, del Decreto-Legge 18 giugno 1986, n. 282. Gazzetta Ufficiale della Repubblica Italiana, Serie Generale n. 185 dell'11 agosto **1986**.

[9] Legge 11 novembre 2005, n. 231. Conversione in legge, con modificazioni, del Decreto-Legge 9 settembre 2005, n. 182. Gazzetta Ufficiale della Repubblica Italiana, Serie Generale n. 263 dell'11 novembre **2005**.

[10] Decreto-Legge 9 settembre 2005, n. 182. Gazzetta Ufficiale della Repubblica Italiana, Serie Generale n. 212 del 12 settembre **2005**.

[11] Decreto del Presidente della Repubblica 22 luglio 2009, n. 129. Gazzetta Ufficiale della Repubblica Italiana, Serie Generale n. 207 del 7 settembre **2009**.

[12] Decreto Legislativo 2 febbraio 2021, n. 27. Gazzetta Ufficiale della Repubblica Italiana, Serie Generale n. 60 dell'11 marzo **2021**.

[13] Regolamento (CE) n. 178/2002 del Parlamento europeo e del Consiglio, del 28 gennaio 2002. Gazzetta ufficiale delle Comunità europee, L 31, 1–24, **2002**.

[14] Legge 24 novembre 1981, n. 689. Modifiche al sistema penale. Gazzetta Ufficiale della Repubblica Italiana, Serie Generale n. 329 del 30 novembre **1981**, Supplemento Ordinario.

[15] Regolamento (UE) 2024/1143 del Parlamento europeo e del Consiglio, dell'11 aprile 2024. Gazzetta ufficiale dell'Unione europea, L 2024/1143 del 23 aprile **2024**.

[16] Accredia. Nuove ISO/IEC 17011 e ISO/IEC 17025, modificati i regolamenti per l'accreditamento dei laboratori di prova e taratura. <https://www.accredia.it/comunicazione/notizie/nuove-iso-iec-17011-e-iso-iec-17025-modificati-i-regolamenti-general-i-e-tecnici-per-laccreditamento-dei-laboratori-di-prova-e-taratura/> (ultimo accesso: 20 gennaio 2026).

[17] BIPEA. Sito istituzionale. <https://www.bipea.org/> (ultimo accesso: 20 gennaio 2026).

[18] Accredia. Proficiency Testing per l'affidabilità di prove e tarature: la nuova ISO/IEC 17043. **2023**. <https://www.accredia.it/comunicazione/notizie/proficiency-testing-per-laffidabilita-di-prove-e-tarature-la-nuova-iso-iec-17043/> (ultimo accesso: 20 gennaio 2026).

[19] Regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento europeo e del Consiglio, del 17 dicembre 2013. Gazzetta ufficiale dell'Unione europea, L 347 del 20 dicembre **2013**.

[20] Regolamento delegato (UE) 2019/934 della Commissione, del 12 marzo 2019. Gazzetta ufficiale dell'Unione europea, L 149 del 7 giugno **2019**, pp. 1–52.

[21] Regolamento delegato (UE) 2019/33 della Commissione, del 17 ottobre 2018. Gazzetta ufficiale dell'Unione europea, L 9 dell'11 gennaio **2019**, pp. 2–45.

[22] Legge 12 dicembre 2016, n. 238. Disciplina organica della coltivazione della vite e della produzione e del commercio del vino. Gazzetta Ufficiale della Repubblica Italiana, Serie Generale n. 302 del 28 dicembre **2016**.

[23] Senatore. Il quadro normativo sulla dealcolizzazione del vino. *Consulenza Agricola*, n. 1, **2025**. https://www.cibuslex.it/wp-content/uploads/2025/01/Senatore-Il-quadro-normativo-sulla-dealcolizzazione-del-vino-Rivista-ConsulenzaAgricola_01_2025.pdf (ultimo accesso: 18 febbraio 2026).

[24] Regolamento (UE) 2021/2117 del Parlamento europeo e del Consiglio, del 2 dicembre 2021. Gazzetta ufficiale dell'Unione europea, L 435 del 6 dicembre **2021**, pp. 262–314.

[25] Regolamento (UE) n. 1169/2011 del Parlamento europeo e del Consiglio, del 25 ottobre 2011. Gazzetta ufficiale dell'Unione europea, L 304 del 22 novembre 2011, pp. 18–63, **2011**.

[26] Comunicazione della Commissione C/2024/694. Domande e risposte sull'attuazione delle norme dell'UE in materia di dealcolizzazione dei vini. Gazzetta ufficiale dell'Unione europea, C/2024/694 del 15 gennaio **2024**.

[27] Decreto del Ministero dell'agricoltura, della sovranità alimentare e delle foreste 20 dicembre 2024, n. 672816. Disposizioni nazionali di attuazione del Regolamento (UE) n. 1308/2013 per quanto riguarda i vini dealcolati. Gazzetta Ufficiale della Repubblica Italiana, Serie Generale n. 36 del 13 febbraio **2025**.

[28] Ricci, S. Che cosa prevede il nuovo decreto sul vino dealcolato e perché il settore lo aspettava da tempo. Gambero Rosso, **2025**. <https://www.gamberorosso.it/notizie/attualita/decreto-vino-dealcolato-accise-depositi-fiscali/> (ultimo accesso: 18 febbraio 2026).

[29] Decreto del Ministero dell'economia e delle finanze 29 dicembre 2025. Disciplina in materia di accisa per i processi di dealcolazione del vino. Gazzetta Ufficiale della Repubblica Italiana, Serie Generale n. 3 del 5 gennaio **2026**.

[30] Decreto Legislativo 15 dicembre 2017, n. 231. Disciplina sanzionatoria per la violazione del Regolamento (UE) n. 1169/2011. Gazzetta Ufficiale della Repubblica Italiana, Serie Generale n. 32 dell'8 febbraio **2018**.

[31] Germanò, A., Rook Basile, E., Lucifero, N. Manuale di legislazione vitivinicola. III ed., Giappichelli, Torino, **2022**.

[32] MASAF. Elenchi e disciplinari vini DOP e IGP. <https://www.masaf.gov.it/flex/cm/pages/ServeBLOB.php/L/IT/IDPagina/4625> (ultimo accesso: 18 febbraio 2026).

[33] Organizzazione Internazionale della Vigna e del Vino (OIV). Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis. **2025**. <https://www.oiv.int/standards/compendium-of-international-methods-of-wine-and-must-analysis> (ultimo accesso: 18 febbraio 2026).

[34] Comunicazione della Commissione C/2023/1190. Domande e risposte sull'attuazione delle nuove disposizioni dell'UE in materia di etichettatura dei vini. Gazzetta ufficiale dell'Unione europea, C/2023/1190 del 24 novembre **2023**.

[35] Castelli, G. Dichiarazione nutrizionale e elenco degli ingredienti dei vini. CIRVE – Università degli Studi di Padova, **2023**. <https://cirve.unipd.it/wp-content/uploads/2023/04/Castelli.pdf> (ultimo accesso: 18 febbraio 2026).

[36] PJLA. Tutto quello che c'è da sapere sulla ISO/IEC 17065. **2025**. <https://www.pjla.it/tutto-quello-che-ce-da-sapere-sulla-iso-iec-17065> (ultimo accesso: 20 gennaio 2026).

[37] Gambino, G. L. Food Controls – ICQRF’s Activity. Materiale didattico presentato presso l’Università degli Studi di Trento, ICQRF – Laboratorio di Catania, **2026**.

[38] International Organisation of Vine and Wine (OIV). OIV-MA-AS312-01:R2021. Alcoholic strength by volume at 20 °C. Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis, **2021**.

[38] Gibertini Elettronica. Super D.E.E. – Distillatore elettronico per vini, bevande spiritose e birre. <https://www.gibertini.com/it/product/sdee>.

[39] Organizzazione Internazionale della Vigna e del Vino (OIV). OIV-MA-AS2-03B:R2012. Total dry matter (Densimetry). Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis, **2012**.

[40] Organizzazione Internazionale della Vigna e del Vino (OIV). OIV-MA-AS313-02:R2015. Volatile acidity. Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis, **2015**.

[41] Organizzazione Internazionale della Vigna e del Vino (OIV). OIV-MA-AS313-01:R2015. Total acidity. Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis, **2015**.

[42] International Organisation of Vine and Wine (OIV). OIV-MA-AS323-04B:R2009. Sulfur dioxide (iodometry). Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis, **2009**.

[43] International Organisation of Vine and Wine (OIV). OIV-MA-AS323-04A2. Total sulphur dioxide (titrimetry). Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis, **2021**.

[44] International Organisation of Vine and Wine (OIV). OIV-MA-AS312-03A:R2014. Methanol. Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis, **2014**.

[45] Organizzazione Internazionale della Vigna e del Vino (OIV). OIV-MA-AS2-12: R2009. Method for $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ isotope ratio determination of water in wines and must. Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis, **2009**.

[46] International Organisation of Vine and Wine (OIV). OIV-MA-AS312-06:R2009. Determination by isotope ratio mass spectrometry of the $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ratio of wine ethanol or ethanol obtained through the

fermentation of musts, concentrated musts, or grape sugar. Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis, **2009**.

[47] Organizzazione Internazionale della Vigna e del Vino (OIV). OIV-MA-AS311-05:R2011. Determination of the deuterium distribution in ethanol by nuclear magnetic resonance (SNIF-NMR/RMN-FINS). Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis, **2011**.

[48] Organizzazione Internazionale della Vigna e del Vino (OIV). Risoluzione OIV/OENO 390/2010. Guidelines on infrared analysers in oenology. **2010**.