RÉSOLUTION OIV-OENO 591A-2018

DIOXYDE DE SOUFRE LIBRE – MISE A JOUR DE LA METHODE OIV-MA-AS323-04A

AVERTISSEMENT : cette résolution abroge la méthode suivante :
- OIV-MA-AS323-05
AVERTISSEMENT : cette résolution amende la méthode suivante :
- OIV-MA-AS323-04A

L'ASSEMBLÉE GÉNÉRALE

Vu l'article 2 paragraphe 2 iv de l'Accord portant création de l'Organisation internationale de la vigne et du vin,

Sur proposition de la Sous-commission des méthodes d'analyse,

CONSIDERANT les travaux menés par la Sous-commission Méthodes d'analyses en ce qui concerne la révision des méthodes d'analyse, et notamment les résultats du questionnaire lancé par la Sous-commission Méthodes d'analyses en 2009 dans le but de collecter des informations sur l'application des méthodes OIV par les laboratoires chargés de l'analyse des vins et des moûts,

DÉCIDE de supprimer la méthode OIV-MA-AS323-05 du Recueil des Méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts puisque il n'y a plus lieu de distinguer le cas particulier des jus de raisin,

DÉCIDE de modifier et remplacer la méthode OIV-MA-AS323-04A du Recueil des Méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts et de la séparer en deux méthodes différentes : détermination du dioxyde de soufre libre et détermination du dioxyde de soufre total. La méthode sur la détermination du dioxyde de soufre libre est modifiée comme suit :

DIOXYDE DE SOUFRE LIBRE – MISE A JOUR DE LA METHODE OIV-MA-AS323-04A

Méthode de Type IV

Exemplaire certifié conforme Punta del Este, 23 novembre 2018
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

1. Domaine d'application

Cette méthode permet de déterminer le dioxyde de soufre libre dans les moûts et les vins.

2. Définitions

On appelle dioxyde de soufre libre, le dioxyde de soufre présent dans le moût ou le vin sous les formes suivantes : H2SO3, HSO3, dont l'équilibre est fonction du pH et de la température :

$$H_2SO_3 \leftrightarrows H_+ + HSO_3^-$$

H_2SO_3 représente le dioxyde de soufre moléculaire.

3. Principe

Le dioxyde de soufre est entraîné par un courant d'air ou d'azote ; il est fixé et oxydé par barbotage dans une solution diluée et neutre de peroxyde d'hydrogène. L'acide sulfurique formé est dosé par une solution titrée d'hydroxyde de sodium.

La quantité de dioxyde de soufre entraîné étant fortement dépendante de la température, il a été décidé de travailler à température ambiante (entre 18 et 24°C). Cette température, de même que les flux d'air ou d'azote, doivent être maintenus constants tout au long du dosage.

4. Réactifs et produits

4.1. Acide phosphorique pur à 85% (ρ_{20} = 1,71 g/mL) (CAS 7664-38-2)

4.2. Acide phosphorique dilué (~25,5%):

A titre indicatif : Diluer 300 mL d'acide phosphorique 85% (4.1) dans 1 L d'eau pour usage analytique

4.3. Réactif indicateur :

Exemplaire certifié conforme Punta del Este, 23 novembre 2018
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

Rouge de méthyle (CAS 493-52-7)	100 mg (± 1 mg)
Bleu de méthylène (CAS 7220-79-3)	50 mg (± 0.5 mg)
Ethanol (≥ 95%) (CAS 64-17-5)	50 mL

Compléter à 100 mL avec de l'eau pour usage analytique. Respecter les proportions pour des volumes différents de 100 mL.

Les réactifs indicateurs commerciaux avec la même composition peuvent être utilisés

4.4. Hydroxyde de sodium 1 M (3.84%) ou anhydre (pellets) (CAS 1310-73-2)

4.5. Solution 0,01 M d'hydroxyde de sodium:

A titre indicatif : Diluer 10,0 mL d'hydroxyde de sodium 1 M (4.4) dans 1L d'eau pour usage analytique.

Si nécessaire, contrôler régulièrement le titre de la solution (facteur de correction à appliquer) et la conserver à l'abri du CO2 atmosphérique

4.6. Solution de peroxyde d'hydrogène à 3 volumes (=9,1 g/L = 0,27 mol/L d'H2O2) préparée ou commerciale (par exemple, H_2O_2 30% : CAS, mixture 7722-84-1)

Remarque : Une solution à 30% en masse correspond à un titre de 110 volumes ($\rho_{20} \cong$ ▫ 1,11 g/mL), soit le volume d'oxygène dégagé idéalement par litre d'H2O2 dans des conditions standards de température et pression, tandis qu'une solution à 3% en masse ($\rho_{20} \cong 1$ g/mL) correspond à un titre de 10 volumes (0,89 mol/L). La préparation va donc dépendre de la solution commerciale utilisée, sachant que de toute façon le volume employé dans la méthode sera en excès.

5. Appareillage

L'appareil utilisé doit être conforme au schéma ci-dessous, particulièrement en ce qui concerne le réfrigérant.

Le tube d'amenée des gaz dans le barboteur B est terminé par une petite sphère de 1 cm de diamètre comportant sur sa plus grande circonférence horizontale 20 trous de 0,2 mm de diamètre. On peut également le terminer par une plaque de verre fritté assurant la formation d'un grand nombre de très petites bulles réalisant un bon

Exemplaire certifié conforme Punta del Este, 23 novembre 2018
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

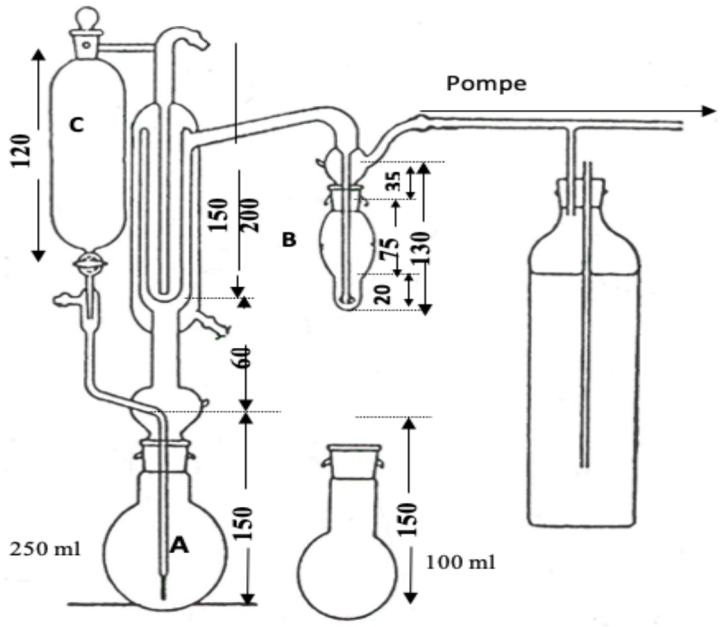
© OIV 2018

contact entre les phases gazeuse et liquide.

Le débit gazeux dans l'appareil doit être de 40 L/h environ. Le flacon placé à la droite de l'appareil est destiné à limiter la réduction de pression produite par la trompe à eau à 20 à 30 cm d'eau. Pour pouvoir régler cette réduction de pression de manière que le débit soit correct, il y a avantage à placer un débitmètre à tube semi-capillaire entre le barboteur et le flacon.

Le ballon A doit être maintenu à une température comprise entre 18 et 24°C pendant toute la distillation. A chacun de s'équiper en conséquence si la température ambiante du laboratoire ne se situe pas dans ces limites ou si l'on fait usage d'acide phosphorique 85% qui peut augmenter fortement la température dans le ballon lors de l'ajout (par ex. utiliser un bain thermostaté).

Figure 1 - Les dimensions sont indiquées en millimètres. Les diamètres internes des 4 tubes concentriques qui constituent le réfrigérant sont: 45, 34, 27 et 10 mm



6. Mode opératoire

Il est conseillé de rincer l'appareil à l'air ou à l'azote avant chaque nouveau dosage (par exemple pendant 5 minutes). Si un essai à blanc est effectué, la couleur de l'indicateur

Exemplaire certifié conforme Punta del Este, 23 novembre 2018
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

dans l'eau oxygénée neutralisée à la sortie du tube d'amenée ne doit pas changer.

- Brancher l'eau du réfrigérant
- Contrôler la température du laboratoire ou pré-équilibrer le bain (entre 18 et 24°C)
- Dans le barboteur B de l'appareil à entraînement introduire 2-3 mL de solution de peroxyde d'hydrogène (4.6), 2 gouttes de réactif indicateur (4.3) et neutraliser par la solution 0,01 M d'hydroxyde de sodium (4.5) ; pH neutre= couleur verte.

Remarque : Pour de grandes séries d'échantillons, il est aussi possible de préparer une solution de H_2O_2 déjà neutralisée avant de l'introduire dans le ballon. Adapter les concentrations et les volumes en conséquence, sachant qu'il faut maintenir le pouvoir oxydatif de la solution (durée de conservation réduite).

- Adapter ce barboteur à l'appareil.
- Dans le ballon A de 250 mL, introduire 50 mL d'échantillon et le fixer à l'appareil.
- Dans l'ampoule C, introduire 15 mL d'acide phosphorique dilué (4.2)

Remarque : Si la concentration attendue en dioxyde de soufre libre est supérieure à 50 mg/L, il peut être nécessaire d'utiliser de l'acide phosphorique à 85% (4.1). Veiller toutefois à ce que la température dans le ballon A n'augmente pas pendant l'ajout.

- Ouvrir le robinet pour rajouter l'acide à l'échantillon, et dans le même temps démarrer le courant de gaz et la minuterie, réglée sur 15 minutes. Le dioxyde de soufre libre entraîné est oxydé en acide sulfurique.
- Après 15 minutes, retirer le barboteur B et rincer à l'eau le tube d'amenée de gaz (à partir du rodage).
- Titrer l'acide formé par la solution d'hydroxyde de sodium 0,01 M (4.5) jusqu'au virage vert.

Soit n le nombre de millilitres versés.

7. Calcul et expression des résultats

Le dioxyde de soufre libre est exprimé en milligrammes par litre (mg/L) sans décimale

Exemplaire certifié conforme Punta del Este, 23 novembre 2018
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

Calcul : Dioxyde de soufre libre en milligrammes par litre : 6,4 n

8. Bibliographie

1. PAUL F., Mitt. Klosterneuburg, Rebe u. Wein, 1958, ser. A, 821.

© OIV 2018

Exemplaire certifié conforme Punta del Este, 23 novembre 2018
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND