RÉSOLUTION OIV-OENO 591B-2018

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

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 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 total est modifiée comme suit :

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

Méthode de Type II

1. Domaine d'application

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

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

2. Définitions

On appelle dioxyde de soufre total l'ensemble des différentes formes de dioxyde de soufre présentes dans le vin à l'état libre ou combiné à ses constituants.

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.

Le dioxyde de soufre total est extrait du vin par entraînement à chaud (100 °C environ).

4. Réactifs et produits

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

4.2. Réactif indicateur :

Rouge de méthyle (CAS 493-52-7)	100 mg ($\pm$ 1 mg)
Bleu de méthylène (CAS 7220-79-3)	50 mg ($\pm$ 0.5 mg)
Ethanol ($\geq$ 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

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

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

A titre indicatif: Diluer 10,0 mL d'hydroxyde de sodium 1 M (4.3) dans 1L d'eau pour usage analytique.

Si nécessaire, contrôler régulièrement le titre de la solution (facteur de correction à

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

appliquer) et la conserver à l'abri du CO2 atmosphérique

4.5. Solution de peroxyde d'hydrogène à 3 volumes (=9,1 g/L = 0,27 mol/L d' H_2O_2) 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 (□20 □ 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 (□20 □ 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 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.

Pour le dosage du dioxyde de soufre total, il est préférable d'utiliser un brûleur (à flamme de 4-5 cm de haut ou à infrarouge) qui permet d'atteindre très rapidement l'ébullition. Ne pas placer sous le ballon A une toile métallique, mais un déflecteur avec un orifice de 2 à 4 cm On évite ainsi la pyrogénation des matières extractives du vin sur les parois du ballon.

Utiliser un ballon A de 250 mL si la prise d'échantillon est de 50 mL et un ballon de 100-150 mL si la prise d'échantillon est de 20 mL.

6. Mode opératoire

Il est conseillé de rincer l'appareil à l'air ou à l'azote avant chaque nouveau dosage (par

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

© OIV 2018

exemple pendant 5 minutes). Si un essai à blanc est effectué, la couleur de l'indicateur dans l'eau oxygénée neutralisée à la sortie du tube d'amenée ne doit pas changer.

- Brancher l'eau du réfrigérant
- Dans le barboteur B de l'appareil à entraînement introduire 2-3 mL de solution de peroxyde d'hydrogène (4.5), 2 gouttes de réactif indicateur (4.2) et neutraliser par la solution 0,01 M d'hydroxyde de sodium (4.4) ; 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, introduire :

- 50 mL d'échantillon si la teneur présumée de l'échantillon < 50mg/L SO_2 total
- 20 mL d'échantillon si la teneur présumée de l'échantillon ≤ 50mg/L SO_2 total

et le fixer à l'appareil.

Dans l'ampoule C, introduire :

- 15 mL d'acide phosphorique (4.1), si la teneur présumée de l'échantillon < 50mg/l SO_2 total
- 5 mL d'acide phosphorique (4.1), si la teneur présumée de l'échantillon ≥ 50mg/l SO_2 total

Ouvrir le robinet pour rajouter l'acide à l'échantillon, activer la source de chauffage et, dans le même temps, démarrer le courant de gaz et la minuterie, réglée sur 15 minutes. Maintenir l'ébullition pendant le passage du courant gazeux. Le dioxyde de soufre total entraîné est oxydé en acide sulfurique.

Après 15 minutes, éteindre le chauffage, 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 (4.4) jusqu'au virage vert.

Soit n le nombre de millilitres versés.

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

7. Calculs et expression des résultats

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

- Echantillons pauvres en dioxyde de soufre (prise d'essai de 50 mL) : 6,4 n
- Autres échantillons (prise d'essai de 20 mL): 16 n

8. Fidélité

8.1. Répétabilité (r)

Teneur < 50 mg/L (prise d'essai de 50 mL), r = 1 mg/L
Teneur ≥ 50 mg/L (prise d'essai de 20 mL), r = 6 mg/L

8.2. Reproductibilité (R)

Teneur < 50 mg/L (prise d'essai de 50 mL), R = 9 mg/L
Teneur ≥ 50 mg/L (prise d'essai de 20 mL), R = 15 mg/L

9. 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