RÉSOLUTION OENO 14/2002

DOSAGE DE L'ARSENIC DANS LE VIN

L'ASSEMBLEE GENERALE,

VU l'Article 5, alinéa 4 de la Convention internationale d'unification des méthodes d'analyse et d'appréciation des vins du 13 octobre 1954,

SUR PROPOSITION de la Sous-Commission des méthodes d'analyse et d'appréciation des vins,

DECIDE de compléter l'Annexe A du Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts, par la méthode suivante:

DOSAGE DE L'ARSENIC DANS LE VIN PAR SPECTROMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

1. PRINCIPE

Après avoir évaporé l'alcool éthylique et après réduction de l'arsenic V en arsenic III, l'arsenic du vin est dosé par génération d'hydrure et spectrométrie d'absorption atomique.

2. APPAREILLAGE

2.1. Verrerie :

2.1.1. Fioles jaugées de 50, 100 ml (classe A)

2.1.2. Pipettes jaugées de 1, 5, 10, 25 ml (classe A)

2.2. Bain d'eau à 100°C

2.3. Filtres sans cendres

2.4. Spectrophotomètre :

2.4.1. Spectrophotomètre d'absorption atomique

2.4.2. Paramètres instrumentaux :

2.4.2.1. flamme air-acétylène oxydante

2.4.2.2. lampe à cathode creuse (arsenic)

2.4.2.3. longueur d'onde : 193,7 nm

2.4.2.4. largeur de la fente : 1,0 nm

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 29 juin 2002
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002

2.4.2.5. intensité de la lampe à cathode creuse : 7 mA

2.4.2.6. correction de l'absorption non spécifique avec une lampe au deutérium

2.5. Accessoires :

2.5.1. Cellule d'absorption d'hydrure, placée sur le brûleur air-acétylène.

2.5.2. Générateur de vapeur (séparateur gaz-liquide)

2.5.3. Gaz neutre (argon)

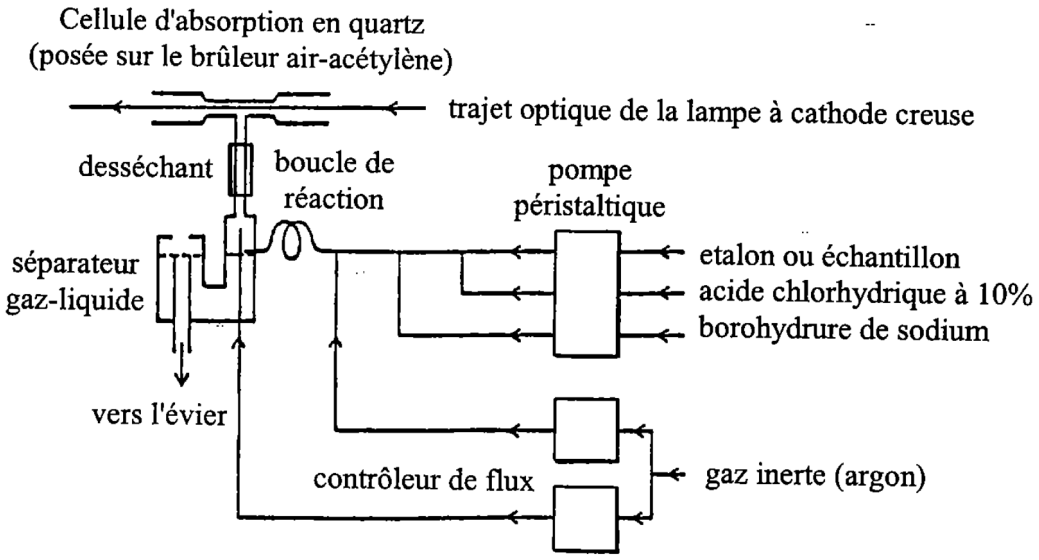


Figure 1. Générateur d'hydrure.

3. REACTIFS

3.1. Eau déminéralisée ultra-pure

3.2. Acide nitrique ultra-pur à 65 %

3.3. Iodure de potassium KI

3.4. Iodure de potassium à 10 % (m/v)

3.5. Acide chlorhydrique concentré (R)

3.6. Acide chlorhydrique à 10 % (R)

3.7. Borohydrure de sodium $NaBH_4$

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 29 juin 2002
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002

3.8. Hydroxyde de sodium NaOH

3.9. Borohydrure de sodium à 0,6 % (contenant de l'hydroxyde de sodium : 0,5 % (m/v)

3.10. Chlorure de calcium $CaCl_2$ (utilisé comme desséchant)

3.11. Solution-mère d'arsenic à 1 g/l

Dissoudre 1,5339 g de AS2O5 dans de l'eau déminéralisée, ajuster à 1 l.

3.12. Solution d'arsenic à 10 mg/l :

Placer 1 ml de la solution-mère (3.11.) dans une fiole de 100 ml (2.1.1.) ; ajouter 1 % d'acide nitrique (3.2.) ; compléter au volume avec de l'eau déminéralisée (3.1.).

3.13. Solution d'arsenic à 100 µg/l :

Placer 1 ml de la solution d'arsenic à 10 mg/l (3.12.) dans une fiole de 100 ml (2.1.1.) ; compléter au volume avec de l'eau déminéralisée (3.1.).

3.14. Gamme d'étalonnage : 0, 5, 10, 25 µg/l

Placer successivement 0, 5, 10, 25 ml de la solution d'arsenic à 100 µg/l (3.13.) dans 4 fioles de 100 ml (2.1.1.) ; ajouter dans chaque fiole 10 ml d'iodure de potassium à 10% (3.4.) et 10 ml d'acide chlorhydrique concentré (3.5.) ; laisser au repos pendant une heure, ajuster à 100 ml avec de l'eau déminéralisée.

4. PREPARATION DES ECHANTILLONS

25 ml de vin sont évaporés sur bain d'eau à 100 °C et ramenés à 50 ml en présence de 5 ml d'iodure de potassium à 10 % et 5 ml d'acide chlorhydrique concentré ; laisser au repos une heure ; filtrer sur un filtre sans cendres.

Faire un blanc analytique.

5. DETERMINATION

La pompe péristaltique aspire la solution de borohydrure, la solution d'acide chlorhydrique à 10 % et l'étalon ou l'échantillon.

Présenter successivement les solutions d'étalonnage (3.14.) ; faire une lecture de l'absorbance pendant 10 secondes ; réaliser deux mesures ; le logiciel de l'appareil établit la courbe d'étalonnage (absorbance en fonction de la concentration en arsenic en µg/l).

Présenter ensuite les échantillons (4) ; le logiciel donne la concentration en arsenic des échantillons en µg/l ; déduire la concentration en arsenic du vin en µg/l en tenant compte de la dilution 1/2 .

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 29 juin 2002
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002

6. CONTROLE QUALITE

Le contrôle qualité est effectué en plaçant un échantillon de contrôle qualité interne (*) de façon régulière tous les 5 échantillons, ou bien un après la gamme-étalon, un au milieu de la série et un à la fin des dosages.

Une tolérance de deux écarts-types par rapport à la valeur connue est acceptée.

(*) Echantillons du Bureau Communautaire de Référence (B.C.R.) : un vin rouge, un vin blanc sec et un vin blanc doux.

7. BIBLIOGRAPHIE

1. Varian Techtron, 1972. Analytical methods for flame spectroscopy.
2. Hobbins B., 1982. Arsenic Determination by Hydride Generation. Varian Instruments at Work.
3. Le Houillier R., 1986. Use of Drierite Trap to Extend the Lifetime of Vapor Generation Absorption Cell. Varian Instruments at Work.
4. Varian, 1994. Vapor Generation Accessory VGA-77.

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 29 juin 2002
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002