RESOLUTION OENO 11/2000

CODEX OENOLOGIQUE INTERNATIONAL

ALCOOL RECTIFIE D'ORIGINE AGRICOLE

1. OBJET, ORIGINE ET DOMAINE D'APPLICATION

Alcool rectifié ou "neutre" obtenu par distillation et rectification à partir de vin, de lie de vin ou des produits de la fermentation alcoolique de marc de raisin ou de raisins secs ou de toutes autres matières premières végétales agricoles.

L'alcool rectifié d'origine agricole entre dans la composition de certaines boissons spiritueuses et vins spéciaux.

2. COMPOSITION

A la température de 20°C, 100 volumes de cet alcool renferment au moins 96 volumes d'éthanol.

Remarque : **Les contrôles et essais décrits ci-dessous en caractères italiques ne sont pas obligatoires, ils ne sont à exécuter que sur demande.**

3. CARACTERES

Liquide incolore, limpide, complètement volatil, d'odeur pénétrante, de saveur brûlante. Il est inflammable et brûle sans fumée avec une flamme bleue.

Il doit distiller en totalité entre 78 et 79°C.

3.1. Solubilité :

L'alcool neutre est miscible à l'eau en toutes proportions avec un dégagement de chaleur sensible et une contraction de volume. Il est miscible également avec l'acétone, le chloroforme, l'éther éthylique, le glycérol et un volume égal d'huile de ricin.

3.2. Caractérisation :

- Chauffer légèrement dans un tube à essais un mélange de 1 ml d'alcool neutre,

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

vingt gouttes d'acide sulfurique concentré (R) et 10 g d'acétate de sodium (R), il se dégage une odeur caractéristique d'acétate d'éthyle.

- Mélanger quelques gouttes d'alcool et 1 ml d'acide sulfurique concentré (R), ajouter quelques gouttes de solution de dichromate de potassium à 10 p. 100 (R), le liquide devient vert et il se dégage une odeur d'éthanal.
- Diluer 0,5 ml d'alcool avec 4,5 ml d'eau. Ajouter 1 ml de solution 1 M d'hydroxyde de sodium puis lentement 2 ml de solution d'iodure de potassium iodé (R). Il se développe une odeur d'iodoforme, suivie de la formation d'un précipité jaune.

3.3. Caractérisation de l'origine agricole :

Cette détermination s'effectuera par la mesure du rapport 14C/12C (scintillation) de l'éthanol selon la méthode décrite au Recueil des Boissons spiritueuses.

4. ESSAIS

4.1. Aspect

Prendre deux éprouvettes identiques en verre blanc d'environ 250 mm de hauteur, remplir l'une d'alcool, l'autre d'eau, cette dernière servant de témoin. Examiner les liquides suivant l'axe des cylindres, l'alcool ne devra pas présenter de coloration appréciable.

Dans une éprouvette ou dans un tube d'environ 250 mm de hauteur et 25 mm de diamètre, verser 40 ml d'alcool, les diluer avec 80 ml d'eau, le mélange ne devra présenter ni trouble, ni odeur, ni saveur étrangères.

4.2. Matières odorantes étrangères

Laisser 10 ml d'alcool s'évaporer spontanément sur une bande de papier à filtrer blanc, aucune odeur étrangère ne devra être perçue ni au cours, ni en fin d'évaporation.

4.3. Extrait sec ou résidu non volatil

Dans une capsule tarée de 25 ml, chauffée au bain d'eau à 100°C, évaporer peu à peu 100 ml d'alcool. Peser. L'extrait sec doit être inférieur à 1,5 g/hl d'éthanol à 100 % vol.

4.4. Métaux lourds

Reprendre par 10 ml d'acide chlorhydrique dilué (R) le résidu éventuel laissé par

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

l'évaporation de 100 ml d'alcool lors de la détermination de l'extrait sec ; après chauffage de quelques minutes au bain d'eau à 100°C en vue d'activer la dissolution de ce résidu, transvaser la solution acide dans une fiole jaugée de 25 ml, la capsule étant rincée à trois reprises avec 5 ml d'eau et le volume amené à 25 ml. Prélever 5 ml de cette solution dans un tube à essais. Ajouter 2 ml de solution tampon pH 3,5 (R), 7,5 ml d'eau et 1,2 ml de réactif au thioacétamide (R). La solution ne devra présenter ni précipité blanc, ni précipité noir, ni coloration brune ou tout au moins celle-ci ne devra pas être plus intense que celle prévue à la méthode générale. (Teneur en métaux lourds exprimée en plomb, après concentration de l'alcool de moitié, 0,5 mg/l).

4.5. Plomb

Sur la solution obtenue au paragraphe 4.4 effectuer le dosage du plomb selon la méthode du Recueil. (Teneur en plomb inférieure à 0,5 mg/l).

4.6. Mercure

Sur la solution obtenue au paragraphe 4.4 effectuer le dosage du mercure selon la méthode décrite en annexe (Teneur en mercure inférieure à 0,2 mg/l).

4.7. Arsenic

Sur la solution obtenue au paragraphe 4.4 effectuer le dosage de l'arsenic selon la méthode décrite en annexe. (Teneur en arsenic inférieure à 0,5 mg/l après avoir concentré l'alcool de moitié).

4.8. Cétones, propan-2-ol et 2-méthylpropan-1-ol

A 1 ml d'alcool, ajouter 3 ml d'eau et 10 ml de solution de sulfate de mercure (II) (R), chauffer au bain d'eau à 100°C. Il ne devra pas se former de précipité dans les 3 mn qui suivent.

4.9. Temps de décoloration du permanganate (Essai Barbet)

Dans une fiole, introduire 50 ml de l'échantillon d'alcool, ajouter 2 ml de la solution fraîchement préparée de permanganate de potassium à 0,20 g/l (R), placer le récipient dans un bain d'eau à 15°C et déclencher aussitôt un chronomètre. Eviter pendant la durée de l'essai l'exposition directe de l'échantillon à la lumière naturelle ou artificielle.

Placer simultanément dans le bain d'eau à 15°C, 50 ml de la solution de comparaison obtenue en mélangeant 3 ml de la solution de chlorure de cobalt à 5 p. 100 (R), 4,2 ml de la solution de nitrate d'uranyle à 4 p. 100 (R) et en complétant à 50 ml avec de l'eau

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

distillée, et comparer la couleur de l'essai à celle de la solution étalon. Arrêter le chronomètre lorsqu'elles sont identiques. Noter le temps écoulé. Le temps de décoloration du permanganate devra être supérieur ou égal à 20 minutes.

4.10. Dérivés sulfurés

Introduire dans un tube à essai 1 ml environ de mercure puis 20 ml d'alcool. Agiter pendant 1 à 2 minutes. La surface du mercure doit demeurer brillante sans apparition d'un voile noirâtre.

4.11. Méthanol

4.11.1. Dosage colorimétrique :

Solution étalon : dans une fiole jaugée de 50 ml, peser 5 g de méthanol et compléter au trait avec de l'éthanol (exempt de méthanol).

Dans une fiole jaugée de 1 litre, placer 1 g de la solution précédente (soit 1,25 ml) contenant 125 mg de méthanol, 250 ml d'alcool absolu (exempt de méthanol) ; compléter à 1000 ml avec de l'eau.

Technique de l'essai : dans une fiole jaugée de 50 ml, placer $\frac{1250}{A}$ ml d'alcool (A étant le titre alcoométrique de l'alcool à essayer), porter au trait de jauge avec de l'eau. Dans un tube à essais, placer 1 ml de cet alcool dilué à 25 p. 100 vol., ajouter quatre gouttes d'acide phosphorique à 50 p. 100 *(m/m)* (R), quatre gouttes de solution de permanganate de potassium (R) à 5 p. 100 *(m/m)*, agiter et laisser au repos 10 mn. Décolorer le permanganate par quelques gouttes (huit en général) de solution à 2 p. 100 *(m/v)* d'anhydrosulfite (métabisulfite) de potassium (R) éviter tout excès. Ajouter 5 ml de solution sulfurique d'acide chromotropique (R). Porter sur bain d'eau à 70°C pendant 20 mn. Il ne devra pas apparaître de coloration violette, ou cette coloration ne devra pas être plus intense que celle d'un témoin préparé selon la même technique et avec les mêmes réactifs, avec 1 ml de la solution étalon ci-dessus (teneur maximale en méthanol 50 g/hl d'éthanol à 100 % vol.).

4.11.2. Dosage par chromatographie en phase gazeuse :

Appareillage : (à titre d'exemple)

- Chromatographe en phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme ;
- Colonnes capillaires de type semi polaire par ex. Carbowax 20 M .

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

Technique de l'essai : (ces informations sont données à titre d'exemple) :

- Préparer une solution hydro-alcoolique à 1 g par litre de l'étalon interne (4-méthylpentan-2-ol) dans l'alcool à 50 p. 100 vol.
- Préparer la solution à doser en ajoutant 5 ml de cette solution à 50 ml de l'alcool réduit à 50 p. 100 vol.
- Préparer une solution de référence de méthanol à 100 mg par litre d'alcool à 50 p. 100 vol. Ajouter 5 ml de solution d'étalon interne à 50 ml de cette solution.
- Injecter dans le chromatographe, 2 microlitres de la solution à doser et de la solution de référence, additionnées de l'étalon interne.
- La température du four est de 90°C et le débit du gaz vecteur de 25 ml par minute ;.

Soit

- *S* : la surface du pic du méthanol de la solution de référence,
- *Sx* : la surface du pic du méthanol de la solution à doser,
- *i* : la surface du pic de l'étalon interne des la solution à doser,
- *I* : la surface du pic de l'étalon interne de la solution de référence,

La teneur en méthanol, exprimée en milligrammes par litre d'alcool à 50 p. 100 vol., est donnée par la relation :

$$C = 100.\frac{I}{i}.\frac{S_x}{S}$$

- Teneur en grammes par hectolitre d'alcool pur : 0,20 C. (Teneur maximale en méthanol 50 g/hl d'éthanol à 100 % vol.).

4.12. Hydroxyde d'ammonium et bases azotées

Dans un ballon de 200 ml, introduire 50 ml de l'alcool à examiner, ajouter 40 ml d'eau et deux gouttes d'acide phosphorique (*¤ 20= 1,58*) ; distiller et Recueillir 80 ml, qui sont

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

rejetés. Au résidu refroidi, ajouter 2 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 10 p. 100 (R). Distiller à nouveau en Recueillant 7 ml environ du distillat dans un tube à essais, dans lequel ont été préalablement introduits 2 ml d'eau et une goutte de solution de rouge de méthyle (R), le distillat étant amené au fond du tube à l'aide d'un tube effilé. Titrer à l'aide d'une solution 0,01 M d'acide chlorhydrique jusqu'à virage au rouge de l'indicateur : soit *n* le nombre de millilitres de solution 0,01 M d'acide chlorhydrique employés.

1 ml de solution 0,01 M d'acide chlorhydrique correspond à 0,00014 g d'azote (ammoniacal ou de bases azotées volatiles).

La quantité d'azote ammoniacal ou de bases azotées exprimée en milligrammes d'azote par litre d'éthanol est de

$$\frac{280.n}{A}$$

A étant le titre alcoométrique de l'alcool examiné.

L'alcool neutre ne devra pas contenir plus de 1 mg d'azote (ammoniacal ou de bases azotées volatiles) pour 1 l d'éthanol.

(Teneur maximale en hydroxyde d'ammonium et bases azotées exprimées en azote 0,1 g/hl d'éthanol à 100 % vol.).

4.13. Acidité

Dans une fiole conique de 250 ml, placer 100 ml d'alcool ramené à 50 p. 100 vol. ; ajouter une goutte de solution de rouge de phénol (R) et, goutte à goutte, de la solution 0,01 M d'hydroxyde de sodium jusqu'à virage au rouge, soit *n* le nombre de millilitres employés.

1 ml de solution 0,01 M d'hydroxyde de sodium correspond à 0,0006 g d'acide acétique.

L'acidité exprimée en milligrammes d'acide acétique par litre d'éthanol est égale à 12 *n*.

Cette acidité devra être inférieure à 15 mg/l d'éthanol (soit 1,5 g/hl) au moment de la livraison de l'alcool.

(Teneur maximale en acidité exprimée en acide acétique, 1,5 g/hl d'éthanol à 100 % vol.).

Remarque : Le virage de l'indicateur lors du dosage de l'acidité devra être net et stable. Dans le cas contraire et surtout si l'acidité excède 15 mg/l, une nouvelle épreuve devra

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

être effectuée après dégazage de l'échantillon, suivant la technique ci-dessous

100 ml d'alcool ramené à 50 p. 100 vol. sont introduits dans un ballon de 250 ml dont le bouchon est traversé par deux tubulures.

L'une permet de maintenir le ballon sous le vide d'une trompe à eau ; la dépression est réglée entre 55 et 65 cm de mercure ;

L'autre permet de réaliser, au cours de l'opération, un barbotage d'air débarrassé de gaz carbonique par un flacon laveur à soude ; pour cela, la tubulure se termine par une partie capillaire plongeant dans l'alcool. Le débit d'air traversant le flacon laveur est de 1 ml par seconde environ.

La durée de l'opération doit être comprise entre 3 et 5 minutes. Le titrage est effectué dans le même ballon.

4.14. Esters

A la solution préparée pour la détermination de l'acidité en 4.13 (soit 100 ml d'alcool à 50 % vol.), ajouter 10 ml exactement mesurés de solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium ; boucher, agiter et maintenir à une température égale ou légèrement supérieure à 20°C. Après 24 heures de contact, titrer l'excès d'hydroxyde de sodium par une solution 0,1 M d'acide chlorhydrique ; soit n' le nombre de millilitres utilisés.

Pour mesurer le volume de solution 0,1 M d'acide chlorhydrique qui neutralise les 10 ml de solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium en présence de la même quantité d'alcool et du même indicateur dont le virage est obtenu par pH décroissants, faire l'essai suivant : placer 100 ml d'alcool ramené à 50 p. 100 dégazé dans une fiole conique de 250 ml, ajouter une goutte de solution de rouge de phénol (R) et les n millilitres de solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium qui produisent le virage au rouge de l'indicateur. Ajouter 10 ml de la solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium et, immédiatement après, la solution 0,1 M d'acide chlorhydrique pour obtenir le même virage de l'indicateur, soit n'' le volume employé.

1 ml de solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium correspond à 0,0088 g d'acétate d'éthyle. La concentration d'esters, exprimée en milligrammes d'acétate d'éthyle, contenue dans 1 l d'éthanol est donnée par la relation : $176 (n'' - n')$

Cette teneur ne devra pas être supérieure à 13 mg pour 1 l d'éthanol (soit 1,3 g/hl) au moment de la livraison de l'alcool.

(Teneur maximale en esters exprimée en acétate d'éthyle 1,3 g/hl d'éthanol à 100 % vol.).

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

4.15. Aldéhydes

Solution étalon : dans une fiole jaugée de 100 ml, placer 268,3 mg d'acétal pur (Eb. : 102°C) et compléter au trait avec de l'alcool à 50 p. 100 vol. exempt d'aldéhydes.

Diluer cette solution au 1/10 dans l'alcool à 50 p. 100 vol. exempt d'aldéhyde. La solution obtenue contient 100 mg d'éthanal par litre d'alcool à 50 p. 100 vol. soit 20 g dans 100 litres d'éthanol.

Technique de l'essai : dans un tube à essais, introduire 10 ml de l'alcool réduit à 50 p. 100 vol. Dans un second tube, placer 5 ml de la solution à 100 mg d'éthanal par litre d'alcool à 50 p. 100 vol. et 5 ml d'alcool à 50 p. 100 vol. sans aldéhydes. Ajouter aux deux tubes 4 ml de solution de chlorhydrate de rosaniline décolorée par l'acide sulfureux (R) , agiter et comparer les colorations obtenues après 20 minutes.

L'alcool à essayer doit donner une coloration au plus égale à celle de la solution étalon.

(Teneur maximale en aldéhydes exprimée en éthanal 0,5 g/hl d'éthanol à 100 % vol.).

Remarque, Alcool à 50 p. 100 vol. sans aldéhydes : introduire 100 ml de dilution d'alcool à 50 p. 100 vol. dans un ballon de 250 ml avec 2 g de chlorhydrate de métaphenylènediamine (R) et deux grains de pierre ponce. Relier le ballon à un réfrigérant à reflux et maintenir une douce ébullition durant une heure. Après refroidissement, relier le ballon à l'appareillage de distillation et distiller lentement sans surchauffer les parois. Recueillir 75 ml de distillat dans une fiole jaugée de 100 ml. Porter au trait avec de l'eau distillée.

4.16. Alcools supérieurs

Il s'agit du propan-1-ol, du 2-méthylpropan-1-ol, du 2- et 3-méthylbutan-1-ol.

Dosage par chromatographie en phase gazeuse (voir méthanol).

Teneur maximale en ce qui concerne la somme de chacun des alcools : 0,5 g/hl d'éthanol à 100 % vol.

4.17. Furfural

10 ml d'alcool ramené à 50 % vol. sont introduits dans un tube bouchant à l'émeri. Ajouter 0,5 ml d'aniline (R) et 2 ml d'acide acétique cristallisable (R). Agiter. Aucune coloration rose saumon ne devra être perceptible avant 20 minutes.

5. Conservation

L'alcool doit être conservé dans des récipients inertes non susceptibles de céder des

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

métaux, ions ou éléments constitutifs des matières plastiques.

Les récipients doivent être conformes aux normes de sécurité et les conditions de stockage doivent aussi respecter les normes de sécurité.

© OIV 2000

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET