RESOLUTION OENO 25/2000

CODEX OENOLOGIQUE INTERNATIONAL

CUIVRE (SULFATE DE), PENTAHYDRATE

Sulfate de cuivre (II), pentahydrate

$CuSO_4, 5H_2O$ = 249,68

1. Objet, origine et domaine d'application

Le sulfate de cuivre est utilisé dans le traitement des vins présentant des " goûts " dits de réduction dus à la présence de sulfure d'hydrogène ou de thiols volatils.

Les sulfures de cuivre formés précipitent et doivent être éliminés du vin.

Son utilisation est soumise au respect des apports limites en sulfate cuivre pentahydrate et, par ailleurs, il existe des limites réglementaires à la teneur en cuivre du vin.

2. Etiquetage

La concentration du produit doit être indiquée sur l'étiquette, y compris en cas de mélange ainsi que les conditions de sécurité et de conservation.

3. Caracteres

Cristaux bleus, peu efflorescents à l'air sec.

4. Composition

99 p. 100 minimum de $CuSO_4, 5H_2O$

5. Caractères d'identité

Point de fusion : 110°C avec cession d'eau.

La solution aqueuse donne avec l'hydroxyde d'ammonium (R) un complexe bleu foncé de tétramine de cuivre.

La solution acidifiée à l'acide chlorhydrique donne avec une solution de chlorure de baryum (R) un précipité blanc de sulfate de baryum.

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

© OIV 2000

6. Solubilité

Eau à 20°C : 286 g/l
Méthanol : 15,6 g/l
insoluble dans l'éthanol (alcool à 95 % vol.)

7. Essais

7.1. Préparation de la solution pour essais

Dissoudre 10 g de substance dans de l'eau et compléter à 50 ml.

7.2. Aspect de la solution pour essais

Il faut que la solution pour essais soit limpide.

7.3. Fer

Mettre dans une ampoule à décanter 2 ml de solution préparée pour essais (7.1), ajouter 8 ml d'eau, 10 ml d'acide chlorhydrique 6 M (R) et 10 ml de 4-méthylpentan-2-one, puis agiter fortement pendant 3 minutes. Après avoir laissé déposer, transvaser la phase organique dans une deuxième ampoule à décanter, ajouter 10 ml d'eau, puis agiter de nouveau fortement pendant 3 minutes. Séparer la phase aqueuse et la soumettre à l'essai de la façon suivante :

Ajouter à la phase aqueuse 2 ml de solution d'acide citrique (20 g d'acide citrique/100 ml), 0,10 ml d'acide thioglycolique concentré (HS-CH2-COOH) et un peu de solution d'hydroxyde d'ammonium 6 M (10 à 10,4 g NH3/100 ml) jusqu'à réaction alcaline et diluer avec de l'eau jusqu'à l'obtention d'un volume total de 20 ml. Au bout de 5 minutes, l'échantillon ne doit pas être plus coloré que l'essai effectué avec la solution de comparaison décrite ci dessous.

7.3.1. Préparation de la Solution de comparaison

7.3.1.1. Solution 1 de sulfate d'ammonium et de fer (III)

Dissoudre 0,702 g de sulfate d'ammonium et de fer (III) dans 1,20 ml d'acide chlorhydrique 6 M et compléter à 100 ml avec de l'eau.

7.3.1.2. Solution 2 de sulfate d'ammonium et de fer (III)

Prélever 7 ml de solution 1 de sulfate d'ammonium et de fer (III) (7.3.1.1) et compléter à

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

© OIV 2000

100 ml avec de l'eau.

1 ml de solution 2 correspond à 10 µg de Fe(III).

7.3.2. Essai avec la solution de comparaison

La solution de comparaison doit être préparée juste avant l'emploi de la façon suivante:

Prendre 1 ml de solution 2 de sulfate d'ammonium et de fer (III) (2) et traiter de la même façon que pour l'essai de la substance.

Remarque Il est également possible de doser le fer par spectrophotométrie d'absorption atomique selon la méthode décrite au Recueil.

La limite en fer est de 100 mg/kg.

7.4. Nickel

Ajouter à la phase aqueuse du point 7.3, 2 ml d'acide chlorhydrique concentré (R) et 1 ml d'acide nitrique concentré (R). Après évaporation de la solution, dissoudre le résidu dans 1 ml d'acide nitrique 6 M (R) et 19 ml d'eau. Diluer 1 ml de cette solution jusqu'à un volume total de 10 ml. Prendre 2,50 ml de cette solution diluée, y ajouter 6 ml d'eau, 5 ml de solution de brome (R), 7 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium 6 M et 3 ml de solution de diméthylglyoxime à 100 g dans 100 ml d'éthanol à 96 % vol. La solution ne doit pas présenter de modification au bout d'une minute par rapport à un échantillon blanc.

Le nickel peut également être dosé par spectrophotométrie d'absorption atomique.

7.5. Chlorures

Diluer 25 ml de solution préparée pour essais (7.1) avec 10 ml d'eau. Après avoir ajouté 8 ml d'hydroxyde de sodium 6 M, porter à ébullition et chauffer le mélange sur bain d'eau à 100°C jusqu'à ce que le précipité soit complètement déposé. Après refroidissement, diluer avec de l'eau pour obtenir un volume total de 50 ml. Prendre 4 ml de filtrat, ajouter 6 ml d'eau et procéder à l'essai de la façon suivante : ajouter 1 ml d'acide nitrique 6 M (R) et 1 ml de solution de nitrate d'argent 0,1 M (R). Au bout de 5 minutes, agiter l'échantillon : il ne devra pas être plus trouble que l'essai témoin effectué avec la solution de comparaison.

(limite 100 mg/kg).

7.5.1. Préparation de la solution de comparaison

Diluer 4 ml de solution de chlorure de sodium 0,1 M avec de l'eau jusqu'à un volume total de 100 ml, ce qui correspond à 142 µg Cl-. Préparer la solution juste avant

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

© OIV 2000

l'emploi

7.5.2. Essai témoin avec la solution de comparaison.

Prendre 1 ml de la solution de chlorure de sodium (7.5.1) et procéder de la même manière que pour l'essai de la substance.

7.6. Plomb

Sur la solution préparée pour essais (7.1), doser le plomb selon la méthode du Recueil. (Teneur en plomb inférieure à 5 mg/kg).

7.7. Mercure

Sur la solution préparée pour essais (7.1), doser le mercure selon la méthode décrite en annexe. (Teneur en mercure inférieure à 1 mg/kg).

7.8. Arsenic

Sur la solution préparée pour essais (7.1), rechercher l'arsenic par la méthode décrite en annexe. (Teneur en arsenic inférieure à 3 mg/kg).

7.9. Dosage

Peser exactement 0,50 g de substance, les dissoudre dans 20 ml d'eau et ajouter 5 ml d'acide acétique 6 M et 2 g d'iodure de potassium. Titrer avec une solution de thiosulfate de sodium 0,1 M en présence d'empois d'amidon (R).

1 ml de solution de thiosulfate de sodium 0,1 M correspond à 6,354 mg Cu(II) ou, si l'on exprime le résultat en substance, à 24,97 mg de $CuSO_4, 5H_2O$.

8. CONSERVATION

Le sulfate de cuivre doit être conservé à l'abri de l'humidité et dans des récipients hermétiquement clos.

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

© OIV 2000