RESOLUTION OENO 36/2000

CODEX OENOLOGIQUE INTERNATIONAL

potassium (Hexacyanoferrate(II) de)

Potassium (Ferrocyanure de)

Cianuretum ferroso - Kalium

K_4[Fe(CN)$_6$], 3H_2O = 422,40

N° SIN: 536

1. Objet, origine et domaine d'application

L'hexacyanoferrate(II) de potassium se présente sous forme de cristaux monocliniques jaunes, inodores, de saveur à la fois salée et amère, de densité 1,935 à 20°C.

Ce sel, légèrement efflorescent, commence à perdre son eau de cristallisation vers 60°C et se déshydrate complètement à l'étuve à 100°C en devenant blanc et hygroscopique.

Les solutions aqueuses fraîchement préparées sont colorées en jaune, elles s'altèrent lentement à la lumière avec libération d'alcalinité et prennent une couleur verdâtre par formation d'une petite quantité de bleu de Prusse.

L'hexacyanoferrate(II) de potassium utilisé pour éliminer les ions fer (III) et fer(II) dans les vins susceptibles de provoquer la casse ferrique mais aussi pour éviter la casse cuivreuse et plus généralement pour diminuer la teneur en métaux lourds.

Son emploi est soumis à un contrôle rigoureux obligatoire.

2. Etiquetage

L'étiquette doit mentionner la pureté, les conditions de sécurité et de conservation.

3. Caractères d'identité

La solution aqueuse à 1 p. 100 (m/v) donne les réactions des ions hexacyanoferrate(II) et potassium ; en particulier, avec le cation fer(III) elle donne un précipité bleu foncé d'hexacyanoferrate(II) de fer(III) (bleu de Prusse) insoluble dans les acides minéraux dilués et avec le cation cuivre, un précipité pourpre d'hexacyanoferrate(II) de cuivre(II) insoluble dans les acides minéraux dilués.

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

© OIV 2000

4. Solubilité

Eau à 20°C : 265 g/l
Eau à 100°C : 740 g/l

5. Essais

5.1. Perte à la dessiccation

Placer 1 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium pulvérisé dans une capsule tarée et dessécher à l'étuve à 100° C jusqu'à poids constant. La perte de poids doit être comprise entre 12 et 13 p. 100

5.2. Produits insolubles

Dissoudre 10 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium dans 100 ml d'eau. La solution doit être limpide.

5.3. Préparation de la solution pour essais

Dans une capsule de silice, calciner 1 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium, sans dépasser 550°C. Reprendre le résidu par 10 ml d'eau et 2 ml d'acide nitrique concentré (R). Transvaser dans une fiole jaugée de 50 ml ; ajouter 5 ml d'hydroxyde d'ammonium concentré (R). Porter à 50 ml avec de l'eau distillée, filtrer.

5.4. Chlorures

A 2,5 ml de la solution pour essais (5.3), ajouter 5 ml d'acide nitrique dilué à 10 p. 100 (R), 12,5 ml d'eau distillée et 0,5 ml de nitrate d'argent à 5 p. 100 (R). Si une opalescence se produit, elle doit être moins intense que celle du témoin préparé comme il est indiqué en annexe. (Teneur en chlorures exprimée en acide chlorhydrique, inférieure à 1 g/kg).

5.5. Sulfates

A 5 ml de la solution préparée pour essais (5.3), ajouter 2 ml d'acide chlorhydrique dilué à 10 p. 100 (R), porter à 20 ml avec de l'eau distillée et ajouter 2 ml de solution de chlorure de baryum (R). Le mélange doit être limpide ou l'opalescence observée après 15 minutes doit être inférieure à celle présentée par le témoin préparé comme il est indiqué en annexe. (Teneur en sulfates exprimée en acide sulfurique inférieure à 1

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

© OIV 2000

g/kg).

5.6. Sulfures

Dans le ballon de 100 ml d'un appareil à distiller muni d'une petite colonne rectificatrice ou de tout autre dispositif antiprimage (destiné à éviter le passage direct de parties liquides du ballon dans le distillat), dissoudre 1 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium dans 10 ml d'acide chlorhydrique dilué à 10 p. 100 (R) et 10 ml d'eau distillée. Distiller et Recueillir 5 ml de distillat dans 5 ml de solution d'hydroxyde de sodium 1 M.

Prélever 0,5 ml de ce distillat et ajouter 18,0 ml d'eau distillée et 1 ml d'une solution de nitrate de plomb à 1 g par litre (R). La coloration brune obtenue doit être inférieure à celle du témoin préparé en ajoutant à 0,5 ml d'une solution d'acide sulfhydrique à 10 mg de soufre par litre (R), 18 ml d'eau distillée et 1 ml d'une solution de nitrate de plomb à 1 g par litre (R). (Teneur en sulfures, exprimée en soufre, inférieure à 100 mg/kg).

5.7. Cyanures

Dans une fiole jaugée de 40 ml contenant 25 ml d'eau distillée et 2,5 ml de solution tampon de pH 7,5 (R), introduire 40 mg d'hexacyanoferrate(II) de potassium. Après dissolution, ajouter aussitôt 0,3 ml de solution de chloramine T à 0,1 p. 100 (R). Attendre 90 secondes et ajouter 6 ml de réactif pyridine-pyrazolone (R).

Compléter à 40 ml avec de l'eau distillée et mélanger. La coloration obtenue ne doit pas être plus intense que celle obtenue en traitant de la même façon 4 ml d'une solution fraîchement préparée de cyanure de potassium titrant 1 mg d'acide cyanhydrique par litre (R). (Teneur en cyanures libres exprimée en acide cyanhydrique, inférieure à 100 mg/kg).

5.8. Plomb

Sur la solution préparée pour essais (5.3), doser le plomb selon la méthode décrite au Recueil. (Teneur en plomb inférieure à 5 mg/kg).

5.9. Mercure

Sur la solution préparée pour essais (5.3), doser le mercure selon la méthode décrite en annexe. (Teneur inférieure à 1 mg/kg).

5.10. Arsenic

Sur la solution préparée pour essais (5.3), doser l'arsenic selon la méthode décrite en annexe (Teneur en arsenic inférieure à 3 mg/kg).

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

© OIV 2000

5.11. Ammoniac

Dans le ballon d'un appareil à distiller, placer 2 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium, 25 ml d'eau distillée et 5 ml d'hydroxyde de sodium à 30 p. 100 (R). Distiller et Recueillir 20 ml de distillat dans 40 ml d'acide borique à 4 p. 100 (R) en présence de rouge de méthyle ; 1,2 ml de solution d'acide chlorhydrique 0,1 M doivent suffire pour faire virer l'indicateur. (Teneur en ammoniac inférieure à 100 mg/kg).

6. Conservation

L'hexacyanoferrate(II) de potassium doit être conservé dans des sacs étanches à l'abri de l'humidité.

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

© OIV 2000