RESOLUTION OENO 55/2000

IV. VINAIGRES DE VIN - DETECTION ET QUANTIFICATION DE LA PRESENCE D'ACIDE ACETIQUE DE SYNTHESE

1. Introduction

La présence (détection et éventuellement quantification) de l'acide acétique de synthèse dans un vinaigre est aujourd'hui déterminée par le teneur en ^{14}C. Les vinaigres naturels (obtenus sans addition d'acide acétique de synthèse) présentent des teneurs de ^{14}C bien déterminées (selon l'année d'élaboration). Des valeurs inférieures aux teneurs caractéristiques de l'année supposée d'élaboration traduisent:

- soit un mélange avec des produits d'années plus récentes,
- soit, si elles sont inférieures aux teneurs naturelles en radioactivité ^{14}C d'environ 15 dpmg (désintégrations par minute et par gramme de carbone), l'addition de tout ou partie d'acide acétique de synthèse (dont la radioactivité ^{14}C est de 0 dpmg).

2. Principe

Après avoir extrait l'acide acétique par de l'hydroxyde de sodium, on compte en scintillation liquide la radioactivité ^{14}C du produit, mis sous forme de benzène.

3. Réactifs

3.1. Hydroxyde de sodium: solution concentrée

3.2. Phénolphtaléine: solution alcoolique à 1g pour 100ml

3.3 Benzène de synthèse (0 dpmg en ^{14}C),

3.4. 0,01 g de 2-(4-tert-Butylphenyl)-5-(4-biphenylyl)-1,3,4-oxadiazole (Butyl PDB) et de 1,4-Bis(2-methylstyryl)benzene (bis-MSB) pour 4 ml de benzène.

3.5. Standard international radiocarbone : Acide oxalique N.B.S. : 13,56 dpmg

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

© OIV 2000

4. Matériel

4.1. Ballons de 1 litre

4.2. Colonne vigreux associée à un réfrigérant

4.3. Chauffe ballon

4.4. Réacteur pour combustion de produits chimiques sous 5 bars d'oxygène,

4.5. Banc de chimie pour la synthèse du benzène à partir du CO_2,

4.6. Spectromètre à scintillation liquide,

4.7. Cellules de comptage en verre (avec basse teneur en ^{40}K) et munies de couvercles plastiques très hermétiques.

5. Préparation de l'échantillon

Homogénéiser l'échantillon par agitation et filtrer si nécessaire.

6. Technique

6.1. Extraction de l'acide acétique

Distiller 1 litre de vinaigre ayant une acidité totale de 60 g/l (ou la quantité correspondante si le vinaigre présente une autre acidité totale). Récupérer dans le ballon de réception le mélange eau-acide acétique.

Récupérer le distillat, y ajouter 100µl de solution de phénolphtaléine (3.2) et neutraliser rapidement avec la solution concentrée d'hydroxyde de sodium (3.1), filtrée au préalable. Effectuer une seconde distillation du produit obtenu pour éliminer l'eau. L'acétate de sodium formé est récupéré dans le ballon puis séché.

L'acétate sec est introduit dans le réacteur de combustion que l'on monte à 5 bars d'oxygène. La combustion est amorcée par chauffage d'un filament et le gaz carbonique formé est piégé à l'azote liquide.

Sur le banc de synthèse du benzène, le CO_2 est réduit par du lithium puis transformé en carbure, lequel, par addition de H_2O, donne de l'acétylène. Un catalyseur d'alumine vanadiée permet la trimérisation en benzène.

6.2. Mesures spectrométriques

Pour déterminer le bruit de fond propre au flacon de comptage on introduit 4ml de

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

© OIV 2000

benzène de synthèse avec le mélange scintillant et on compte jusqu'à obtenir une marge statistique du bruit de fond inférieure à 0,01 dpmg. On obtient A_{bdf}

Pour déterminer le rendement de l'appareil on compte 4 ml de benzène préparé à partir du standard international ^{14}C, avec le mélange scintillant en même concentration, jusqu'à obtenir une marge statistique de 0,1 dpmg. On obtient A_{st}

On introduit alors dans le compteur le flacon contenant l'échantillon à mesurer sous forme de benzène, avec toujours la même quantité de mélange scintillant. On compte le nombre de fois 1000 minutes nécessaire pour obtenir une marge statistique de 0,1dpmg. On obtient A_{mes}

7. Résultats

7.1. Calcul de l'activité spécifique

L'activité spécifique ^{14}C de l'échantillon (A_{ech}) par rapport au standard ^{14}C se calcule à partir de l'activité mesurée $A_{mes,}$ de laquelle on enlève le bruit de fond du flacon de comptage:

- $A_{ech} = (A_{mes} - A_{bdf})/A_{st}$

A_{ech} et A_{st} sont raménées à un rendement de 100% afin de pouvoir être comparées aux valeurs de référence.

7.2. Présentation

Cette activité spécifique est exprimée en dpm de ^{14}C par gramme de carbone et arrondie à la première décimale

8. Interprétation des résultats

L'interprétation suppose que le laboratoire possède les données de radioactivité des vinaigres naturels (obtenus par fermentation acétique) en fonction de leur année de production à partir de l'année 1955, première année où peut être détecté l'enrichissement en radiocarbone dû aux bombes thermonucléaires.

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

© OIV 2000

9. Bibliographie

1. Lecoq R., 1965 : Acidité volatile dans les vins : in "Manuel d'analyses alimentaires et d'expertises usuelles", Doin et Deren Edit, Tome II, p 2001-2007.
2. Llaguno C & Polo M.C., 1991 : El vinagre de vino : Consejo Superior de Investigacionaes Cientificas, Madrid.
3. Mongereau N. & Evin J., 1993 : Les applications du radiocarbone et l'expertise : Les cahiers de l'expertise judiciaire, Vol. 5 N° 3-4, p. 105-110
4. OIV, 1994 : Recueil des méthodes d'analyse des boissons spiritueuses, des alcools, de la fraction aromatique des boissons (Dir. A. Bertrand), OIV, Paris

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

© OIV 2000