RESOLUTION OENO 56/2000

V. VINAIGRES DE VIN - DETERMINATION DE LA TENEUR EN ALCOOL RESIDUEL

1. Définition

La teneur en alcool résiduel est le pourcentage en volume d'éthanol encore contenu dans le vinaigre après la fermentation acétique.

2. Principe[1]

Distillation du vinaigre, oxydation de l'éthanol par le dichromate de potassium et détermination de sa teneur par titration du dichromate de potassium en excès par une solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium.

3. Réactifs

3.1. Acide sulfurique □□20 = 1,84 g/ml).

3.2. Solution d'acide sulfurique à 50% (v/v).

3.3. Solution de dichromate de potassium.

Dans une fiole jaugée de 1 l, dissoudre 33,6 g (à 0,001 g près) de dichromate de potassium dans l'eau. Porter au trait de jauge avec de l'eau.

1 ml de cette solution oxyde 7,8924 mg d'éthanol.

La solution doit être conservée dans un flacon avec un bouchon en verre rodé.

3.4. Solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium (sel de Mohr).

Dans une fiole jaugée de 1 l, dissoudre 135 g de sulfate de fer (II) et d'ammonium dans 20 ml d'acide sulfurique (3.1) et porter au trait de jauge avec de l'eau.

1 ml de cette solution, récemment préparée, correspond à environ 0,5 ml de la solution de dichromate de potassium.

Etant donné que cette solution s'oxyde facilement, il faut la titrer fréquemment à l'aide du dichromate de potassium ainsi qu'il est décrit en 6.2 et 6.3, mais en remplaçant 10 ml de distillat par 10 ml d'eau.

3.5. Solution de permanganate de potassium.

Dans une fiole jaugée de 1 l, dissoudre 1,088 g de permanganate de potassium dans

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

© OIV 2000

l'eau et porter au trait de jauge.

3.6. Solution d'orthophénantroline.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre dans l'eau 0,695 g de FeSO4,7H2O et 1,485 g d'orthophénantroline mono-hydratée.

Chauffer pour faciliter la dissolution, refroidir et porter au trait de jauge avec de l'eau.

3.7. Hydroxyde de calcium solution à 120 g de CaO par l.

4. Matériel

Matériel de laboratoire d'usage courant et également :

4.1. Appareil de distillation, constitué par un ballon de 1 l relié par un rodage à une colonne de rectification d'au moins, 20 cm de longueur ou à un autre dispositif équivalent, et un réfrigérant.

4.2. Fioles coniques de 250 ml avec bouchon en verre rodé.

5. Préparation de l'échantillon

Homogénéiser l'échantillon par agitation et filtrer si nécessaire.

6. Technique

6.1. Distillation

Introduire 200 ml de vinaigre dans un ballon de distillation. Additionner d'hydroxyde de calcium (3.7) jusqu'à l'alcalinisation observée par touches sur papier indicateur.

Ajouter quelques petits morceaux de pierre ponce, de porcelaine ou de billes de verre et une goutte de solution aqueuse de silicone pour éviter la formation de mousse. Chauffer à ébullition et recueillir environ 90 ml dans une fiole jaugée de 100 ml. Laisser refroidir et porter au trait de jauge avec de l'eau.

6.2. Oxydation

Dans un fiole conique à bouchon en verre rodé, introduire 20 ml de la solution de dichromate de potassium (3.3) et 20 ml d'acide sulfurique (3.2). Agiter.

Ajouter 10 ml de distillat. Mouiller le bouchon avec une goutte d'acide sulfurique, boucher la fiole et agiter.

Attendre au moins 30 min., en agitant de temps en temps.

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

© OIV 2000

6.3. Titration

Titrer le dichromate de potassium en excès avec la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium (3.4) . Lorsque la coloration verte tourne au vert-bleu, ajouter quatre gouttes de la solution d'orthophénantroline (3.6). La titration est terminée lorsque la coloration de la solution tourne au vert-marron.

Si le point de virage est légèrement dépassé, il faut revenir au point exact de virage, en utilisant la solution de permanganate de potassium (3.5). La dixième partie du volume utilisé de cette solution doit être déduite du volume de la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium utilisée.

6.4. Essai témoin

Effectuer un essai témoin avec 10 ml d'eau au lieu de 10 ml du distillat.

7. Résultats

7.1. Calcul

Soit :

V le volume, en ml, de la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium utilisée dans la titration (6.3) ;

V' le volume, en ml, de la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium utilisée dans l'essai témoin (6.4).

La teneur d'alcool résiduel, exprimée en pourcentage (v/v) à 20 °C, est donnée par

- (V' - V) / V'

7.2. Présentation

Arrondir les résultats à la première décimale.

8. Validation interlaboratoire (Curvelo-Garcia, 1996)

- **r** < 0,02 % (v/v)
- **R** < 0,04 % (v/v)

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. Anonyme, 1993. *Métodos Oficiales de Análisis,* Tomo II, Ministério de Agricultura, Pesca y Alimentación, Madrid, Espagne.
2. Curvelo-Garcia A.S., 1996. *Vinaigres de Vin. Méthodes d'Analyse (2ème partie),* Feuillet Vert de l'OIV nº 1033.
3. FAO / OMS - Commission du Codex Alimentarius, *Méthodes d'analyse de la Norme Régionale Européenne pour le Vinaigre,* Alinorm 83/19 et 85/19.
4. Llaguno C. et Polo M.C., 1991. *El Vinagre de Vino*, Consejo Superior de Investigaciones Científicas, Madrid, Espagne.

---

[1] – Le CPIV a décrit une autre méthode (distillation de l'échantillon et détermination de la masse volumique du distillat).

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

© OIV 2000