

RESOLUTION OENO 58/2000

VII. VINAIGRES DE VIN - DETERMINATION DE LA TENEUR EN CENDRES

1. Introduction

L'objectif principal de la détermination de la teneur en cendres est la détection de certaines fraudes, comme l'addition d'eau ou d'une solution aqueuse d'acide acétique (teneur en cendres très faible) ou l'addition de substances non volatiles (teneur en cendres très élevée). Pour une interprétation correcte des résultats, il est nécessaire de disposer d'une base de données pour le type et l'origine du vinaigre analysé.

2. Définition

On appelle cendres d'un vinaigre l'ensemble des produits de l'incinération du résidu d'évaporation d'un volume connu du vinaigre, conduite de façon à obtenir la totalité des cations (à l'exception de l'ammonium) sous la forme de carbonates et autres sels minéraux anhydres.

3. Principe

Incinération de l'extrait du vinaigre conduite entre 500 °C et 550 °C jusqu'à la combustion complète du carbone.

4. Matériel

Matériel de laboratoire d'usage courant, y compris :

- 4.1. Bain d'eau à 100 °C
- 4.2. Balance sensible au 1/10 de milligramme.
- 4.3. Plaque chauffante ou évaporateur à infrarouge.
- 4.4. Four électrique à régulation de température.
- 4.5. Capsules en platine (ou en quartz) de 70 mm de diamètre et 25 mm de hauteur à fond plat.

5. Préparation de l'échantillon

Homogénéiser l'échantillon par agitation et filtrer si nécessaire.

6. Technique

Introduire 20 ml de l'échantillon dans une capsule de platine préalablement tarée et évaporer sur bain d'eau à 100 °C, jusqu'à une consistance sirupeuse. Chauffer le résidu sur la plaque chauffante à 200 °C ou sous l'évaporateur à infrarouge jusqu'à la carbonisation. Lorsque le résidu n'émet plus de vapeur, placer la capsule dans le four électrique porté à 525 °C ± 25° C. Après 5 min. de carbonisation, retirer la capsule du four, laisser refroidir et ajouter 5 ml d'eau distillée que l'on évapore ensuite sur le bain d'eau à 100 °C ou sous l'évaporateur à infrarouge. Chauffer à nouveau à 525 °C pendant 10 min.

Si la combustion des particules carbonées n'est pas totale, recommencer les opérations d'addition d'eau, d'évaporation et d'incinération.

Après refroidissement dans un dessiccateur, peser la capsule (avec les cendres).

7. Résultats

7.1. Calcul

Soit :

p_0 la masse, en grammes, de la capsule vide ;

p_1 la masse, en grammes, de la capsule contenant les cendres.

La teneur en cendres, exprimée en g/l, est donnée par

- $50 (p_1 - p_0)$.

7.2. Présentation

Arrondir les résultats exprimés en g/l à la deuxième décimale.

8. Validation interlaboratoire (CPIV, 1995 ; Curvelo-Garcia, 1996)

$r = 0,30 \text{ g/l}$

R = 1,0 g/l

9. Bibliographie

1. Anonyme, 1993. *Métodos Oficiales de Análisis*, Tomo II, Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación, Madrid, Espagne.
2. CPIV, 1995. *Methods os Analysis*, Annex 4 to the minutes of CPIV Technical Committee's Meeting, Stuttgart, Alemagne.
3. Curvelo-Garcia A.S., 1996. Vinaigres de Vin. Méthodes d'Analyse (2ème partie), *Feuillet Vert de l'OIV* n° 1033.
4. Llaguno C. et Polo M.C., 1991. *Le Vinagre de Vino*, Consejo Superior de Investigaciones Científicas, Madrid, Espagne.
5. OIV, 1990. *Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts*, OIV, Paris, France.