RESOLUTION OENO 59/2000

VIII. VINAIGRES DE VIN - DETERMINATION DE LA TENEUR EN SUBSTANCES REDUCTRICES NON VOLATILES

1. Définition

Les substances réductrices non volatiles sont l'ensemble des substances non volatiles qui possèdent un pouvoir réducteur sur une solution cupro-alcaline et celles qui ont également ce pouvoir après hydrolyse.

2. Principe

Evaporation des substances volatiles, hydrolyse chlorhydrique, oxydation par une solution cupro-alcaline en excès et titrage par iodométrie des ions Cu (II).

3. Réactifs

3.1. Acide chlorhydrique □□20 = 1,19 g/ml).

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

3.3. Solution d'hydroxyde de sodium 12 M.

3.4. Solution cupro-alcaline.

Dissoudre, séparément, 25 g de sulfate de cuivre ($CuSO_4$, $5H_2O$) dans 100 ml d'eau, 50 g d'acide citrique ($C_6H_8O_7$, H_2O) dans 300 ml d'eau et 388 g de carbonate de sodium cristallisé (Na_2CO_3, $10H_2O$) dans environ 400 ml d'eau chaude. Introduire dans une fiole jaugée de 1000 ml, successivement, la solution d'acide citrique et la solution de carbonate de sodium et ajouter ensuite la solution de sulfate de cuivre. Refroidir, mélanger et porter au trait de jauge avec de l'eau.

3.5. Solution d'iodure de potassium à 30% (m/v). Conserver en flacon de verre teinté.

3.6. Solution d'acide sulfurique à 25% (v/v).

3.7. Empois d'amidon solution à 5 g/l.

Délayer 0,5 g d'amidon soluble dans une petite quantité d'eau froide de manière à obtenir une pâte fluide. Introduire dans 100 ml d'eau bouillante et maintenir l'ébullition pendant 10 min. Laisser refroidir.

3.8. Solution de thiosulfate de sodium 0,1 M.

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

© OIV 2000

3.9. Régulateur d'ébullition (billes de verre, pierre ponce,...).

4. Matériel

Matériel de laboratoire, y compris :

4.1. Appareil à reflux constitué par un fiole conique de 500 ml reliée par un rodage à un condenseur, ou tout autre appareil équivalent.

4.2. Dispositif de refroidissement par un courant d'eau froide.

4.3. Bain d'eau à 100 °C

5. Préparation de l'échantillon

Homogénéiser l'échantillon par agitation et filtrer si nécessaire.

6. Technique

6.1. Evaporation des substances volatiles

Dans une capsule de porcelaine de 100 ml, introduire 50 ml de vinaigre. Evaporer sur bain d'eau à 100 °C jusqu'à environ 1 à 2 ml.

Ajouter 10 ml d'eau et évaporer à nouveau. Répéter l'opération avec 10 ml d'eau.

Transférer le résidu d'évaporation dans une fiole jaugée de 100 ml, au moyen d'environ 50 ml d'eau chaude.

Laisser refroidir et porter au trait de jauge.

6.2. Hydrolyse

Introduire dans la fiole de l'appareil à reflux, 10 ml de la solution obtenue en 6.1 et 0,3 ml d'acide chlorhydrique (3.1). Chauffer sur bain d'eau à 100 °C pendant 2 min.

Refroidir à la température ambiante pendant 15 min. et neutraliser avec 0,3 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3).

6.3. Oxydation et titrage

Introduire dans la même fiole 15 ml d'eau et 25 ml de la solution cupro-alcaline (3.4). Ajouter le régulateur d'ébullition et porter à l'ébullition qui doit être atteinte en 2 min. Adapter le condenseur à la fiole et maintenir l'ébullition pendant 10 min. exactement.

Refroidir immédiatement sous un courant d'eau froide, sans agiter. Ajouter, successivement, 2 ml d'empois d'amidon (3.7), 10 ml de la solution d'iodure de

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

© OIV 2000

potassium (3.5) et 25 ml de la solution d'acide sulfurique (3.6). Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium (3.8).

Par ailleurs, effectuer un dosage témoin avec 25 ml d'eau et 25 ml de la solution cupro-alcaline (3.4).

7. Résultats

7.1. Calcul

Soit :

V1 le volume, en ml, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée dans la titration ;

V2 le volume, en ml, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée dans le dosage témoin ;

n la quantité de substances réductrices de la prise d'essai, en mg, donnée par le tableau en fonction de la différence **V2 -V1**.

La teneur en substances réductrices non volatiles, exprimée en grammes par l de vinaigre, est donnée par : **0,2 n**.

Tableau

V2-V1 (ml)	sub.réd (mg)	V2-V1 (ml)	sub.réd (mg)	V2-V1 (ml)	sub.réd (mg)
1	2,4	9	22,4	17	44,2
2	4,8	10	25,0	18	47,1
3	7,2	11	27,6	19	50,0
4	9,7	12	30,3	20	53,0
5	12,2	13	33,0	21	56,0
6	14,7	14	35,7	22	59,1
7	17,2	15	38,5	23	62,2
8	19,8	16	41,3		

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

© OIV 2000

7.2. Présentation

Arrondir les résultats exprimés en grammes par litre à la première décimale.

8. Validation interlaboratoire (Hitos *et al.*, 2000)

Unités: g/l

Echantillon	r	S_r	RSD_r	R	S_R	RSD_R	RSD_R (Horwitz)	Horrat Index
1- 2,93 g/l	0,0892	0,032	1,09	1,0267	0,367	12,52	4,81	2,60
2- 2,82 g/l	0,2635	0,094	3,34	1,4950	0,534	18,94	4,84	3,91
3- 6,27 g/l	0,1214	0,043	0,69	1,6346	0,584	9,32	4,29	2,17
4- 8,77 g/l	0,1591	0,057	0,65	1,5054	0,538	6,13	4,08	1,50
5- 6,22 g/l	0,1019	0,036	0,58	1,2130	0,433	6,96	4,30	1,62

9. Bibligraphie

1. AOAC, 1994. Official Methods of the Ass. Offic .Agric. Chem., 14th edit. Arlington, USA.
2. CT83, 1990. Norma Portuguesa NP 3683 (Vinagre. Determinação do teor de subtâncias redutoras não voláteis), Instituto Português da Qualidade, Lisboa, Portugal.
3. Hitos P., Pons A., Martin de la Hinojosa I, Gomez R., Hernandez A. et Muñoz J., 2000. Validation des méthodes d'analyse pour l'acidité totale, fixe et volatile, les substances réductrices non volatiles, le cuivre et le zinc dans les vinaigres de vin, Feuillet Vert de l'OIV nº 1115.
4. OIV, 1990. Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts,

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

© OIV 2000

OIV, Paris, France.

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

© OIV 2000