RESOLUTION OENO 60/2000

IX. VINAIGRES DE VIN - DETERMINATION DE LA TENEUR EN DIOXYDE DE SOUFRE

1. Introduction

Dans l'industrie des vinaigres de vin, l'addition du dioxyde de soufre ou de ses sels (E 220 - E 227) est autorisée, selon des normes et doses définies. Ainsi, il faut contrôler les doses appliquées et, surtout, leurs teneurs en SO_2.

2. Définition

Le dioxyde de soufre libre est celui qui se trouve sous les formes de H_2SO_3, HSO_3^- et SO_3^{2-}.

Le dioxyde de soufre combiné est celui qui se trouve sous toutes les autres formes.

Le dioxyde de soufre total est la somme du dioxyde de soufre libre et du dioxyde de soufre combiné.

3. Principe[1]

Dioxyde de soufre libre - Titrage iodométrique direct avec soustraction des autres substances oxydables par l'iode.

Dioxyde de soufre combiné - Titrage iodométrique après double hydrolyse alcaline du vinaigre dont le dioxyde de soufre libre a été oxydé pendant la détermination précédente.

Dioxyde de soufre total - Somme de la teneur en dioxyde de soufre libre et de la teneur en dioxyde de soufre combiné.

4. Réactifs

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

4.2. Solution d'acide sulfurique au 1/10 (1+9 d'eau, en volume).

4.3. Solution d'hydroxyde de sodium 4 M.

4.4. Solution d'iode 0,025 M.

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

© OIV 2000

4.5. Ethylène-diamine-tétracétate disodique (EDTA.Na2).

4.6. 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.

4.7. Solution d'éthanal à 7 g/l.

4.8. Solution de propanal à 10 g/l.

5. Matériel

Matériel de laboratoire d'usage courant.

6. Technique

6.1. Dioxyde de soufre libre

Dans une fiole conique de 500 ml, introduire 50 ml de vinaigre, 3 ml de solution d'acide sulfurique (4.2), 5 ml d'empois d'amidon (4.6) et 30 mg d'EDTA.Na2 (4.5).

Titrer immédiatement avec la solution d'iode (4.4) jusqu'à ce que la coloration bleue, d'abord fugace, persiste nettement pendant 10 à 15 s.

6.2. Dioxyde de soufre combiné

Ajouter à la fiole conique citée précédemment (6.1) la solution d'hydroxyde de sodium (4.3) jusqu'à pH 11-12 (environ 18 ml), agiter et laisser en contact pendant 5 min. Ajouter, en une seule fois et en agitant énergiquement, 17 ml de solution d'acide sulfurique (4.2).

Titrer immédiatement avec la solution d'iode (4.4).

Ajouter ensuite 20 ml de solution d'hydroxyde de sodium (4.3), agiter et laisser en contact pendant 5 min. Diluer avec 200 ml d'eau aussi froide que possible. Agiter énergiquement et ajouter en une seule fois 30 ml de solution d'acide sulfurique (4.2). Titrer immédiatement le dioxyde de soufre libéré avec la solution d'iode (4.4).

6.3. Interférence d'autres substances

Certaines autres substances sont oxydées par l'iode en milieu acide ; il est donc nécessaire de déterminer la quantité d'iode consommée par ces oxydations.

Pour cela, il faut combiner le dioxyde de soufre libre par un excès d'éthanal ou de propanal avant le titrage iodométrique. A cet effet, introduire 50 ml de vinaigre dans

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

© OIV 2000

une fiole conique de 300 ml et ajouter 5 ml de solution d'éthanal ou 5 ml de solution de propanal. Boucher et laisser au repos pendant au moins 30 min. Ajouter 3 ml de solution d'acide sulfurique (4.2), 5 ml d'empois d'amidon (4.6) et la solution d'iode (4.4) jusqu'à la coloration bleue.

7. Résultats

7.1. Calcul

Soit :

V le volume, en ml, de la solution d'iode utilisé en 6.1 ;

V1 le volume, en ml, de la solution d'iode utilisé dans le 1er titrage de 6.2 ;

V2 le volume, en ml, de la solution d'iode utilisé dans le 2ème titrage de 6.2 ;

V3 le volume, en ml, de la solution d'iode utilisé en 6.3.

La teneur en dioxyde de soufre total, exprimée en milligrammes de SO2 par l de vinaigre, est :

- 32 (V+V1+V2-V3).

7.2. Présentation

Arrondir les résultats exprimés en milligrammmes de SO_2, par litre à l'unité.

8. Méthode alternative

On pourra admettre l'utilisation de la méthode de référence décrite dans le *Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse des Vins et des Moûts*, après la publication d'études sur son application aux vinaigres.

9. Bibliographie

1. Curvelo-Garcia A.S. et Godinho M.C., 1986. Determinação analítica do dióxido de enxofre em vinagres. Optimização das condições operatórias, *Ciência e Técnica Vitivinícola,* **5**(1): 25 - 29.
2. FAO/OMS, Commision du Codex Alimentarius, 1982. Doc. CX/EURO 82/3, Partie II, Annexe I, Roma.

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

© OIV 2000

[1] - Le CPIV a décrit une autre méthode (détermination de l'absorbance à 550 nm de la solution
colorée des produits de la réaction entre le dioxyde de soufre, le formaldéhyde et le p-rosaniline).
L'*Instituto da Vinha e do Vinho* (Portugal) a développé une méthode par flux continu, selon
le même principe.

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

© OIV 2000