RESOLUTION OENO 62/2000

XI. VINAIGRES DE VIN - DETERMINATION DE LA TENEUR EN CHLORURES

1. Introduction

L'objectif principal de la détermination de la teneur en chlorures est la détection de la fraude qui consiste à augmenter l'extrait sec avec l'addition de chlorure de sodium.

2. Principe[1]

Titrage potentiométrique des ions Cl- avec une solution de nitrate d'argent, en milieu acide, après détermination préalable du potentiel du point équivalent d'une solution étalon de chlorure.

3. Réactifs

3.1. Solution étalon de chlorure

A □ 0,0001 g près, peser 2,1027 g de chlorure de potassium (teneur en Br < 0,005% Br) préalablement séché pendant quelques jours en dessiccateur muni d'un déshydratant adéquat. Introduire dans une fiole jaugée de 1l, dissoudre dans l'eau et porter au trait de jauge.

1 ml de cette solution contient 1 mg d'ion Cl-.

3.2. Solution étalon de nitrate d'argent

A □ 0,0001 g près, peser 4,7912 g de nitrate d'argent, introduire dans une fiole jaugée de 1l, dissoudre dans une solution hydro-alcoolique à 10% (v/v) et porter au trait de jauge.

1 ml de cette solution contient 1 mg d'ion Cl-.

3.3. Acide nitrique (□20 = 1,40 g/ml).

4. Matériel

Matériel de laboratoire d'usage courant, y compris :

4.1. Potentiomètre gradué de 2 en 2 mV, au moins.

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

© OIV 2000

4.2. Electrode Ag/AgCl et électrode au sulfate de mercure (I) ou électrode combinée (Ag/AgCl + référence).

4.3. Micro burette graduée en 0,01 ml.

5. Préparation de l'échantillon

Homogénéiser l'échantillon par agitation et filtrer si nécessaire.

6. Technique

6.1. Détermination du potentiel du point équivalent

Introduire dans un flacon de 200 ml, posé sur un agitateur magnétique, 5 ml de solution étalon de chlorures (3.1).

Ajouter 95 ml de l'eau et 1 ml d'acide nitrique (3.3), introduire les électrodes dans le flacon et, avec agitation modérée, ajouter au moyen d'une micro burette la solution de nitrate d'argent (3.2). Ajouter les premiers 4 ml par fractions de 1 ml et lire les valeurs correspondantes de la différence de potentiel en mV. Ajouter encore 2 ml par fractions de 0,2 ml. Ensuite, ajouter des fractions de 1 ml jusqu'à l'obtention d'un volume total de 10 ml.

Après chaque addition attendre environ 30 s avant d'effectuer la lecture correspondante de la différence de potentiel en mV.

Tracer un graphique en indiquant en ordonnées les valeurs de la différence de potentiel obtenues (en mV) et en abscisses les volumes correspondants de la solution de nitrate d'argent (en ml). Déterminer le potentiel du point équivalent qui se situe au point d'inflexion de la courbe.

6.2. Vérification du potentiel du point équivalent

Dans un flacon de 200 ml, introduire 5 ml de solution étalon de chlorures (3.1), 95 ml d'eau et 1 ml d'acide nitrique (3.3). Plonger les électrodes et titrer, en agitant, jusqu'à l'obtention du potentiel du point équivalent. Répéter cette opération jusqu'à l'obtention de la concordance des résultats. Cette vérification doit s'effectuer avant chaque série de déterminations de la teneur en chlorures des échantillons.

6.3. Détermination du potentiel du point équivalent de l'échantillon

Dans un flacon de 200 ml, introduire 50 ml de vinaigre, 50 ml de l'eau et 1 ml d'acide nitrique (3.3). Titrer comme indiqué en 6.2.

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

© OIV 2000

7. Résultats

7.1. Calcul

Etant donné **V** le volume, en ml, de la solution de nitrate d'argent utilisée en 6.3, la teneur en chlorures (exprimée en mg d'ion Cl- par l de vinaigre) est donnée par

- 20 V.

7.2. Présentation

Arrondir les résultats en mg d'ion Cl- par l à l'unité.

8. Bibliographie

1. Anonyme, *Métodos Oficiales de Análisis,* Tomo II, Ministério de Agricultura, Pesca y Alimentación, Madrid (1993).
2. FAO/OMS, Commission du Codex Alimentarius, Doc. CX/EURO 82/3 Partie II, Rome (1982).
3. Llaguno, C. et Polo, M.C., *El Vinagre de Vino,* Consejo Superior de Investigaciones Cientificas, Madrid (1991).

---

[1] - L' *Instituto da Vinha e do Vinho* (Portugal) a décrit une méthode par flux continu, selon un autre principe (Feuillet Vert de l'OIV n° 949).

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

© OIV 2000