

## RESOLUTION OENO 63/2000

### XII. VINAIGRES DE VIN - DETERMINATION DE LA TENEUR EN SULFATES

#### 1. Introduction

L'objectif principal de la détermination de la teneur des sulfates dans les vinaigres est, comme pour la détermination de la teneur en chlorures, la détection de certaines fraudes (pour augmenter l'extrait sec total).

#### 2. Principe

Précipitation des sulfates par le chlorure de baryum, séchage, calcination et pesage.

#### 3. Réactifs

- 3.1. Solution de chlorure de baryum ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) à 1% (m/v).
- 3.2. Solution d'acide chlorhydrique M.
- 3.3. Solution de nitrate d'argent 1 M.

#### 4. Matériel

Matériel de laboratoire d'usage courant, y compris :

- 4.1. Capsules en platine à fond plat (85 mm de diamètre).
- 4.2. Papier filtre pour des précipités fins avec une teneur en cendres de 0,01% au maximum.
- 4.3. Bain d'eau à 100 °C
- 4.4. Four à moufle.
- 4.5. Dessiccateur.

#### 5. Préparation de l'échantillon

Homogénéiser l'échantillon par agitation et filtrer si nécessaire.

## 6. Technique

Dans une fiole conique de 250 ml, introduire 100 ml de l'échantillon. Ajouter 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et chauffer à ébullition. Ajouter, goutte à goutte, 10 ml de la solution de chlorure de baryum (3.1), prolonger l'ébullition pendant 5 min. et additionner d'eau chaude pour maintenir le volume constant. Laisser reposer pendant 10 à 12 h.

Filtrer et laver le précipité avec de l'eau chaude, jusqu'à ce que les eaux de lavage soient exemptes de chlorures, ce qu'on peut vérifier par l'absence d'un précipité avec la solution de nitrate d'argent (3.3).

Transférer, soigneusement, le filtre avec son contenu dans la capsule de platine, préalablement tarée, et calciner dans un four à moufle à 700 °C - 800 °C.

Refroidir dans le dessiccateur et peser.

## 7. Résultats

### 7.1. Calcul

Soit :

$m_1$  la masse, en grammes, de la capsule en platine vide ;

$m_2$  la masse, en grammes, de la capsule en platine avec le résidu calciné (déduire les cendres du papier de filtre).

La teneur en sulfates, exprimée en grammes de sulfate de potassium par l de l'échantillon, est donnée par l'expression :

- $7,4651 (m_2 - m_1)$ .

### 7.2. Présentation

Arrondir les résultats exprimés en grammes de sulfate de potassium par l, à la première décimale.

## 8. Bibliographie

1. Anonyme, Métodos Oficiales de Análisis, Tomo II, Ministério de Agricultura, Pesca y Alimentación, Madrid (1993).

2. AOAC, Official Methods of Ass. Offic. Agric. Chem., 14th edit., Arlington (1984).
3. Llaguno, C. et Polo, M.C., El Vinagre de Vino, Consejo Superior de Investigaciones Científicas, Madrid (1991).