RESOLUTION OENO 64/2000

XIII. VINAIGRES DE VIN - DETERMINATION DE LA TENEUR EN CUIVRE

1. Introduction

La présence de cuivre dans les vinaigres a surtout comme origine les contaminations par les matériaux en contact, pendant les différentes phases de leur élaboration. Des teneurs relativement élevées en cuivre pourront occasionner des troubles ou même des altérations importantes de la couleur, d'où l'importance de la détermination.

2. Principe

Détermination directe par spectrophotométrie d'absorption atomique.

3. Réactifs

3.1. Cuivre métal.

3.2. Acide nitrique concentré 65% (¤20 = 1,38 g/ml).

3.3. Acide nitrique dilué à 1:2 (v/v).

3.4. Solution d'acide acétique à 5% (v/v).

3.5. Solution étalon de cuivre à 1,000 g par l.

Peser 1,000 g de cuivre métal, qui est transféré quantitativement dans une fiole jaugée de 1000 ml. Ajouter de l'acide nitrique dilué (3.3) en quantité strictement suffisante pour dissoudre le métal, ajouter 10 ml d'acide nitrique concentré et porter au trait de jauge avec de l'eau bidistillée.

Cette solution est disponible dans le commerce.

3.6. Solutions étalons de cuivre, titrant de 1 à 10 mg/l.

Préparer les solutions étalons de 1 à 10 mg/l, en diluant la solution (3.5) avec la solution d'acide acétique (3.4).

4. Matériel

Matériel de laboratoire d'usage courant, et aussi :

4.1 .Spectrophotomètre d'absorption atomique.

4.2. Lampe à cathode creuse au cuivre.

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

© OIV 2000

5. Préparation de l'échantillon

Homogénéiser l'échantillon par agitation et filtrer si nécessaire.

6. Technique

Sélectionner la longueur d'onde de 324,7 nm. Régler le zéro de l'échelle des absorbances avec la solution d'acide acétique (3.4). Aspirer directement le vinaigre dans le brûleur du spectrophotomètre, puis successivement les solutions étalons (3.6). Relever les absorbances. Effectuer les déterminations en double, au moins.

7. Résultats

7.1. Calcul

Tracer la courbe de variation de l'absorbance en fonction de la concentration en cuivre des solutions étalons. Reporter la valeur moyenne des absorbances obtenues pour le vinaigre et déterminer la teneur en cuivre, exprimée en milligrammes par l de l'échantillon.

7.2. Présentation

Arrondir les résultats exprimée en milligrammes de cuivre par l, à la première décimale.

8. Remarques

Pour des concentrations très faibles en cuivre dans l'échantillon, et pour améliorer la précision et l'exactitude des déterminations, on devra employer soit la méthode des ajouts dosés soit la méthode de l'incinération préalable de l'échantillon, décrites par l'OIV (1990) pour la détermination de la teneur en cuivre des vins.

La plupart des appareils donnent directement la concentration des échantillons.

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

Unités: mg/l

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

© OIV 2000

Echantillon	r	S_r	RSD_r	R	S_R	RSD_R	RSD_R (Horwitz)	Horrat Index
1- 0,22 mg/l	0,0678	0,024	10,89	0,1905	0,068	30,61	20,10	1,52
2- 0,03 mg/l	0,0210	0,008	21,82	0,0567	0,020	58,89	27,12	2,17
3- 0,58 mg/l	0,o895	0,032	5,48	0,3187	0,114	5,48	17,37	0,32
4- 0,11 mg/l	0,0493	0,018	16,77	0,1567	0,056	53,31	22,31	2,39
5- 2,78 mg/l	0,2589	0,092	3,33	1,1809	0,422	15,17	13,72	1,11

10. Méthode des ajouts dosés

10.1. Principe

Le cuivre est dosé dans le vinaigre par spectrométrie d'absorption atomique en flamme (méthode des ajouts dosés).

10.2. Réactifs

10.2.1. Eau déminéralisée ultra-pure

10.2.2. Solution-étalon de cuivre à 1 g/l, prête à l'emploi.

10.2.3. Acide nitrique 65 % suprapur

10.2.4. Solution de cuivre à 10 mg/l : placer 2 mL de la solution de cuivre a 1 g/l (9.2.2) dans une fiole jaugée de 200 mL; ajouter 1 ml d'acide nitrique (9.2.3) : compléter au volume avec de I'eau déminéralisée (9.2.1).

10.2.5. Pour régler la position du brûleur du spectrophotomètre, préparer un étalon de cuivre à 0,4 mg/l: 2 ml de la solution de cuivre à 10 mg/l (9.2.4) dans une fiole jaugée de 50 ml; compléter au volume avec de l'eau déminéralisée (9.2.1).

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

© OIV 2000

10.3. Matériel

10.3.1. Verrerie

10.3.1.1. Fioles jaugées de 50, 200 ml (classe A)

10.3.1.2. Pipettes jaugées de 2, 5 et 10 ml (classe A)

10.3.1.3. Vases cylindriques de 10 ml

10.3.1.4. Micropipette automatique de 200 µl

10.3.2. Spectrophotomètre d'absorption atomique (flamme air-acétylène oxydante, longueur d'onde 324, 7 nm, largeur de la fente 0,5 nm, intensité de la lampe à cathode creuse 3,5 mA).

10.4. Préparation des échantillons

10.4.1. Ajout de 0,2 mg/l de cuivre: placer 5 ml de vinaigre dans un vase cylindrique; ajouter à la micropipette 100 µl de la solution de cuivre à 10 mg/l.

10.4.2. Ajout de 0,4 mg/l de cuivre: placer 5 mL de vinaigre dans un vase cylindrique; ajouter à la micropipette 200 µl de la solution de cuivre a 10 mg/l.

10.4.3. Dilution du vinaigre: une dilution du vinaigre dans l'eau déminéralisée n'est nécessaire que si la concentration en cuivre est supérieure à 0,5 mg/l.

10.5. Déterminations

Présenter successivement le blanc (eau déminéralisée), le vinaigre additionné de 0,2 mg/l de cuivre, le vinaigre additionné de 0,4 mg/l de cuivre (4.2.) et le vinaigre tel quel, sans addition de cuivre. Faire une lecture de l'absorbance pendant 10 s; réaliser deux mesures. Le logiciel de l'appareil trace le graphe des ajouts dosés et donne directement la teneur en cuivre du vinaigre en mg/l. Les dilutions entraînées par les ajouts sont négligeables.

10.6. Contrôle qualité

Les dosages par spectromètrie d'absorption atomique en flamme sont réalisés manuellement.

Le contrôle qualité est effectué en plaçant un matériau de référence de façon régulière tous les 5 échantillons, ou bien un après la gamme-étalon, un au milieu de la série et un à la fin des dosages.

Une tolérance de deux écarts-types par rapport à la valeur connue du matériau de référence, est acceptable.

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

© OIV 2000

11. Bibliographie

1. Anonyme, 1993. *Métodos Oficiales de Análisis, Tomo II*. Ministério de Agricultura, Pesca y Alimentación, Madrid, Espagne.
2. CEE, 1990. Méthode de référence de dosage de cuivre dans le vin, *Journal Officiel des Communautes Européennes*, L272: 145 - 146.
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. Llaguno C. et Polo M.C., 1991. *El Vinagre de Vino*, Consejo Superior de Investigaciones Cientificas, Madrid, Espagne.
5. OIV, 1990. *Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts*, OIV Paris, France.
6. Varian Techtron, 1972. *Analytical methods for flame spectroscopy.*

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

© OIV 2000