RESOLUTION OENO 66/2000

XV. VINAIGRES DE VIN - DETERMINATION DE LA TENEUR EN FER

1. Introduction

Ainsi que pour les autres métaux, la présence de fer dans les vinaigres a comme origine principale la contamination par les matériaux en contact, pendant leur élaboration et bien sûr le fer du vin duquel le vinaigre est issu. Des teneurs excessives pourront occasionner des troubles ou des altérations de couleur.

2. Principe :

Le fer est dosé directement dans le vinaigre par spectrométrie d'absorption atomique en flamme. Une calibration externe est réalisée avec des étalons en solution acétique.

3. Réactifs :

3.1. Eau déminéralisée ultra pure

3.2. Acide acétique 90%

3.3. Solution-étalon de fer à 1,000 g/l, prête à l'emploi.

3.4. Solution de fer à 100 mg/l : placer 10 ml de la solution de fer à 1 g/l (3.3.) dans une fiole jaugée de 100 ml; porter au trait de jauge avec l'eau déminéralisée (3.1).

3.5. Gamme d'étalonnage : 0, 2, 4, 6, 8 mg de fer par litre

Placer successivement 0, 1, 2, 3, 4 ml de la solution de fer à 100 mg/l (3.4.) dans 4 fioles jaugées de 50 ml (2.1.1.) ; ajouter 2,5 ml d'acide acétique (3.2.) ; porter au trait de jauge avec l'eau déminéralisée (3.1).

4. Matériel

Matériel de laboratoire d'usage courant, y compris :

4.1. Fioles jaugées de 50 et 100 ml (classe A)

4.2. Pipettes jaugées de 1, 2, 3, 4, 5, 10 ml (classe A)

4.3. Spectrophotomètre d'absorption atomique

4.4. Lampe à cathode creuse au fer.

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 des échantillons :

Homogénéiser les échantillons, filtrer si nécessaire. Si la teneur en fer est supérieure à 8 mg/l, diluer l'échantillon avec une solution d'acide acétique à 5 % (v/v).

6. Technique :

6.1. Paramètres expérimentaux (Spectrométrie d'absorption atomique) :

6.1.1. flamme air-acétylène oxydante

6.1.2. longueur d'onde : 248,3 nm

6.1.3. largeur de la fente : 0,2 nm

6.1.4. intensité de la lampe à cathode creuse : 5 mA

6.2. Déterminations

Aspirer successivement les solutions d'étalonnage dans le brûleur du spectrophotomètre. Faire une lecture de l'absorbance pendant dix secondes ; réaliser deux mesures. Aspirer ensuite les échantillons. Relever les absorbances. Tenir compte d'une éventuelle dilution du vinaigre.

6.3. Contrôle qualité :

Les dosages par spectrométrie d'absorption atomique en flamme sont, généralement, réalisés manuellement. Le contrôle qualité est effectué en plaçant un matériau de référence tous les cinq échantillons, ou bien un après la gamme-étalon, un au milieu de la série et un à la fin des dosages.

7. Résultats

7.1. Calcul

Tracer la courbe de variation de l'absorbance en fonction de la concentration en fer des solutions d'étalonnage. Reporter la valeur moyenne des absorbances obtenues pour le vinaigre et déterminer la teneur en fer, exprimée en milligrammes par l de l'échantillon. Pour la plupart des appareils le logiciel donne directement la concentration en fer des échantillons.

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, exprimée en milligrammes de fer par l, à la première décimale

8. Bibliographie

OIV, *Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts,* OIV, Paris (1990).

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

© OIV 2000