RESOLUTION OENO 69/2000

XVIII. VINAIGRES DE VIN - DETERMINATION DE LA TENEUR EN ACETOÏNE

1. Introduction

L'acétoïne ($CH_3COCHOHCH_3$) est un constituant toujours présent dans les vins et dans les vinaigres. Selon la bibliographie, sa teneur est, dans les vins, de l'ordre de 10 mg/l. Dans les vinaigres, les teneurs peuvent varier, selon la technologie employée, entre moins de 100 mg/l et plus de 400 mg/l.

La teneur en acétoïne des vinaigres de vin pourra constituer une importante référence de leur qualité et un paramètre indicateur de leur origine.

2. Principe

Neutralisation de l'échantillon à pH 7,00 avec de l'hydroxyde de calcium. Détermination directe de l'acétoïne par chromatographie en phase gazeuse.

3. Réactifs

3.1. Acétoïne purifiée. Eliminer la présence éventuelle de diacétyle, par distillation.

3.2. Solutions de référence d'acétoïne.

Par dilution de l'acétoïne (3.1) avec de l'eau, préparer des solutions de référence d'acétoïne de 10 à 500 mg/l.

3.3. Pentan-1-ol (étalon interne).

3.4. Ethanol.

3.5. Solution de l'étalon interne.

Dans une fiole jaugéede 100 ml, dissoudre 2 ml de pentan-1-ol dans une solution hydro-alcoolique à 50%. Porter au trait avec cette solution.

3.6. Hydroxyde de calcium.

4. Matériel

Matériel de laboratoire d'usage courant, et aussi :

4.1. Chromatographe en phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme.

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. Colonne pour chromatographie en phase gazeuse de 2 m de long et 1/8 de pouce de diamètre : FFAP 2,5% sur Chromosorb G (HP), additionné de 0,5% de Carbowax 1500 (ou tout autre système capable d'effectuer une séparation convenable de l'acétoïne).

5. Technique

Ajouter une quantité de la solution de l'étalon interne (3.5) aux solutions de référence d'acétoïne (3.2), de façon à que les solutions contiennent, par l, 15 ou 35 µl de pentan-1-ol (selon leur teneur en acétoïne soit respectivement inférieure ou supérieure à 50 mg/l).

Neutraliser l'échantillon à pH □ 7,00, en ajoutant de l'hydroxyde de calcium (solide). Ajouter une quantité de la solution de l'étalon interne (3.5), pour que la solution obtenue contienne, par l, 15 ou 35 µl de pentan-1-ol (en fonction de la teneur en acétoïne).

Dans le chromatographe, injecter 2 µl de l'échantillon neutralisé et des solutions de référence, additionnées de l'étalon interne. La température du four est de 70 °C et le débit du gaz vecteur (azote) est de 12,5 ml/min. La température du détecteur est de 180 °C.

6. Résultats

6.1. Calcul

Soit :

Ai la surface du pic de l'acétoïne dans la solution de référence i ;

Pi la surface du pic de pentan-1-ol dans la solution de référence i ;

Ax la surface du pic de l'acétoïne dans la solution à doser ;

Px la surface du pic de pentan-1-ol dans la solution a doser.

Déterminer, pour les différentes solutions de référence, les rapports **Ai / Pi**.

Exprimer graphiquement ces rapports en fonction de la teneur en acétoïne des solutions de référence, en obtenant deux courbes (0 à 50 mg/l et 50 à 500 mg/l).

La teneur en acétoïne de l'échantillon, exprimée en mg/l, est obtenue graphiquement avec le rapport **Ax / Px**.

6.2. Présentation

Arrondir les résultats exprimés en mg/l à l'unité.

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

© OIV 2000

7. Bibliographie

1. Anonyme, *Métodos Oficiales de Análisis,* Tomo II, Ministério de Agricultura, Pesca y Alimentación, Madrid (1993).
2. Gorostiza, E., Gil de la Peña, M. et Cordobés, M., La Semana Vitivinícola : 1577-1578 (1976).
3. Llaguno, C. et Polo, M.C., *El Vinagre de Vino,* Consejo Superior de Investigaciones Cientificas, Madrid (1991).

© OIV 2000

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