RESOLUTION OENO 70/2000

XIX. VINAIGRES DE VIN - DETERMINATION DU METHANOL, DES ALCOOLS SUPERIEURS ET DE L'ACETATE D'ETHYLE

1. Introduction

La méthode décrite permet la détermination simultanée de quelques composants volatils majoritaires des vinaigres, l'intérêt de cette détermination concerne les points de vue organoleptique et éventuellement toxicologique.

2. Principe

Neutralisation de l'échantillon à pH 7,00 avec une solution d'hydroxyde de sodium.

Détermination, par chromatographie en phase gazeuse, de quelques composants volatils : méthanol, propan-1-ol, butan-2-ol, 2-méthylpropan-1-ol, butan-1-ol et 2-méthylbutan-1-ol + 3-méthylbutan-1-ol.

3. Réactifs

3.1. Solution hydro-alcoolique à 5% v/v.

3.2. Solution de l'étalon interne (4-méthylpentan-2-ol).

Dans une fiole jaugée de 1 l, dissoudre 1110,0 mg (à 0,1 mg près) de 4-méthylpentan-2-ol dans la solution hydro-alcoolique (3.1). Porter au trait de jauge avec cette solution.

3.3. Solution de référence.

Dans une fiole jaugée de 1 l, dissoudre, dans la solution hydro-alcoolique (3.1), 152,0 mg d'acétate d'éthyle, 50,0 mg de méthanol, 7,7 mg de propan-1-ol, 16,3 mg de butan-2-ol, 17,0 mg de 2-méthylpropan-1-ol, 2,5 mg de butan-1-ol, 7,9 mg de 2-méthylbutan-1-ol et 8,7 mg de 3-méthylbutan-1-ol (à 0,1 mg près). Porter au trait de jauge avec la solution (3.1).

3.4. Solution de référence additionnée de l'étalon interne.

A 10 ml de la solution (3.3), ajouter 1 ml de la solution (3.2).

3.5. Solution d'hydroxyde de sodium à 40% (m/v).

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

© OIV 2000

4. Matériel

Matériel de laboratoire d'usage courant, et encore :

4.1. Chromatographe en phase gazeuse avec injecteur de type "*split*" et détecteur à ionisation de flamme.

4.2. Colonne en verre *Supelcowax 10* de 30 m de long et 0,75 mm de diamètre intérieur (à titre d'exemple).

5. Technique

Neutraliser l'échantillon à pH □ 7,00 avec la solution d'hydroxyde de sodium (3.5), en enregistrant les volumes initial et final.

Ajouter 1 ml de la solution (3.2) à 10 ml de l'échantillon neutralisé.

Injecter 1 µl de chacune de ces deux solutions dans le chromatographe. Les températures de l'injecteur et du détecteur sont de 250 °C. Les températures du four sont : 6 min. à 50 °C, 50 °C à 70 °C à 8 °C/min., 14 min. à 70 °C, 70 °C à 210 °C à 8 °C/min. et 16 min. à 210 °C. Le débit du gaz vecteur (hydrogène) est de 10 ml/min.

6. Résultats

6.1. Calcul

Soit :

c_i la teneur du constituant i, en mg/l, dans la solution de référence (3.4) ;

c_e la teneur de l'étalon interne, en mg/l, dans la solution de référence (3.4) ;

s_i la surface du pic du constituant i de la solution de référence (3.4) ;

s_e la surface du pic de l'étalon interne dans la solution de référence (3.4) ;

S_i la surface du pic du constituant i dans la solution de l'échantillon neutralisé et additionnée de l'étalon interne ;

S_e la surface du pic de l'étalon interne dans la solution de l'échantillon neutralisé et additionnée de l'étalon interne ;

C_e la teneur de l'étalon interne, en mg/l, dans la solution de l'échantillon neutralisé et additionnée de l'étalon interne ;

f facteur de dilution, résultant de l'opération de neutralisation de l'échantillon de vinaigre.

La teneur C_i du composant i, exprimée en milligrammes par l de vinaigre, est donnée

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

© OIV 2000

par :

$$C_i = f\ \frac{c_i s_e S_i C_e}{c_e s_i S_e}$$

6.2. Présentation

Arrondir les résultats à l'unité.

7. Bibliographie

1. Clímaco, M.C., Estudo de um método de doseamento de compostos voláteis em vinagres por cromatografia em fase gasosa, Relatório dactil., Estação Vitivinícola Nacional, Dois Portos (1993).

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

© OIV 2000