RESOLUTION OENO 4/94

RECUEIL DES METHODES INTERNATIONALES D'ANALYSE DES VINS

L'ASSEMBLEE GENERALE,

VU l'Article 5, alinéa 4 de la Convention internationale d'unification des méthodes d'analyse et d'appréciation des vins du 13 octobre 1954,

DECIDE :

DE REMPLACER dans le Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins, la méthode relative aux dérivés cyanés (pages 313 à 316) par la méthode décrite ci-après, plus sensible et plus facile à mettre en oeuvre que la méthode décrite au Recueil.

La teneur en dérivés cyanés du vin est toujours faible et sans danger sur le plan toxicologique. En effet, il est admis que des boissons spiritueuses puissent contenir jusqu'à 1 mg d'acide cyanhydrique par fraction du titre alcoométrique de 1% vol, soit 40 mg/l pour une boisson titrant 40% vol. d'alcool. Dans le vin, la limite implicite de 0,25 mg/l ne devrait cependant pas être dépassée.

1. PRINCIPE

L'acide cyanhydrique libre et total du vin est libéré par hydrolyse acide et séparé par distillation. Après réaction avec la chloramine T et la pyridine, le dialdéhyde glutaconique formé est dosé par colorimétrie grâce à la coloration bleue qu'il donne avec l'acide diméthyl - 1,3 barbiturique.

2. APPAREILLAGE

2.1. Appareil de distillation.

Utiliser l'appareil de distillation décrit pour la détermination de l'alcool du vin.

2.2. Ballon de 500 ml à rodage normalisé.

2.3. Bain d'eau, thermostaté à 20°C.

2.4. Spectrophotomètre permettant les mesures d'absorbance à la longueur d'onde de 590 nm.

2.5. Cuves de verre ou cuves à usage unique de 20 mm de trajet optique.

Exemplaire certifié conforme Paris, 10 juin 1994
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Robert TINLOT

© OIV 1994

3. REACTIFS

3.1. Acide phosphorique (H3PO4) à 25 p. 100 (m/v)

3.2. Solution de chloramine T(C7H7 CINNa O2S, 3H2O) 3 p.100 (m/v)

3.3. Solution d'acide 1,3-diméthylbarbiturique : dissoudre 3,658 g de l'acide 1,3-diméthylbarbiturique (C6H8N2O3) dans 15 ml de pyridine et 3 ml d'acide chlorhydrique (o20 = 1,19 g/ml) et compléter à 50 ml avec de l'eau distillée.

3.4. Cyanure de potassium (KCN)

3.5. Solution d'iodure de potassium (KI) 10 p.100 (m/v)

3.6. Solution de nitrate d'argent (AgNO3), O,1 M

4. MODE OPERATOIRE

4.1. Distillation :

Dans le ballon de 500 ml (2.2.) placer 25 ml de vin, 50 ml d'eau distillée, 1 ml d'acide phosphorique (3.1.) et quelques perles de verre. Mettre immédiatement en place le ballon sur l'appareil à distiller. Amener le distillat au moyen d'un tube effilé dans une fiole jaugée de 50 ml contenant 10 ml d'eau. La fiole jaugée est immergée dans de l'eau glacée. Recueillir 30-35 ml de distillat (soit environ 45 ml de liquide total dans la fiole jaugée).

Laver le tube effilé du réfrigérant avec quelques millilitres d'eau distillée, porter à 20°C le distillat et amener au trait de jauge avec de l'eau distillée.

4.2. Mesure :

Placer 25 ml de distillat dans une fiole conique de 50 ml munie d'un bouchon rodé, ajouter 1 ml de solution de chloramine T (3.2.) et boucher hermétiquement. Après 60 secondes exactement ajouter 3 ml de solution d'acide diméthyl - 1,3 barbiturique (3.3.), boucher hermétiquement et laisser au repos pendant 10 minutes. Ensuite mesurer l'absorbance par rapport au témoin (25 ml d'eau distillée au lieu de 25 ml de distillat) à la longueur d'onde 590 nm dans les cuves de 20 mm de trajet optique.

5. ETABLISSEMENT DE LA COURBE D'ETALONNAGE

Exemplaire certifié conforme Paris, 10 juin 1994
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Robert TINLOT

© OIV 1994

5.1. Titrage argentimétrique du cyanure de potassium.

Dans une fiole jaugée de 300 ml dissoudre environ 0,2 g de KCN (3.4.) exactement pesé dans 100 ml d'eau distillée. Ajouter 0,2 ml de solution d'iodure de potassium (3.5.) et titrer avec la solution de nitrate d'argent 0,1 M (3.6.) jusqu'à obtention d'une coloration jaunâtre stable.

1 ml de solution 0,1 M de nitrate d'argent correspondant à 13,2 mg de KCN, calculer le titre de l'échantillon de KCN.

5.2. Courbe d'étalon.

5.2.1. Préparation des solutions étalons :

Connaissant le titre déterminé selon 5.1. du KCN, préparer une solution étalon contenant 30 mg/l d'acide cyanhydrique (30 mg HCN - 72,3 mg KCN). Diluer cette solution au 1/10.

Introduire 1,0- 2,0- 3,0- 4,0 et 5,0 ml de la solution étalon diluée dans des fioles jaugées de 100 ml et amener au trait de jauge avec de l'eau distillée. Les solutions préparées titrent respectivement 30-60-90-120 et 150 µg/l d'acide cyanhydrique.

5.2.2. Dosage :

Prélever 25 ml des solutions ainsi obtenues et continuer comme il est indiqué ci-dessus en 4.1. et 4.2.

Les valeurs obtenues pour les absorbances avec ces solutions étalons reportées en fonction des teneurs en acide cyanhydrique correspondantes, s'alignent sur une droite passant par l'origine.

6. EXPRESSION DES RESULTATS;

L'acide cyanhydrique est exprimé en microgrammes par litre (µg/l) sans décimale.

6.1. Calcul :

Lire la teneur en acide cyanhydrique sur la courbe d'étalonnage.

Si une dilution a été effectuée, multiplier le résultat par le facteur de dilution.

Répétabilité (r) et reproductibilité (R)

Vin blanc =

- r = 3,1 µg/l soit environ 6 % . xi

Exemplaire certifié conforme Paris, 10 juin 1994
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Robert TINLOT

© OIV 1994

- R = 12 µg/l soit environ 25 % . xi

Vin rouge =

- r = 6,4 µg/l soit environ 8 % . xi
- R = 23 µg/l soit environ 29 % . xi xi = concentration moyenne de HCN dans le vin.

Bibliographie

1. Junge C., Feuillet Vert N° 877 (1990)
2. Asmus E., Garschlagen H., Z. Anal. Chem 138, 413 - 422 (1953)
3. Würdig G., Müller Th., Die Weinwissenschaft 43, 29-37 (1988)

Exemplaire certifié conforme Paris, 10 juin 1994
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Robert TINLOT

© OIV 1994