RESOLUTION OENO 3/94

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 au plomb (pages 233 et 234) par la méthode ci-après (FV 928), suite à une étude complète réalisée sur le dosage.

Le modificateur de matrice est légèrement différent. Les mesures devront s'effectuer à 283,3 nm au lieu de 217 nm. La méthode a été validée par une analyse collaborative.

1. Principe de la méthode

Le plomb est dosé directement dans le vin par spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme.

2. Appareillage

Toute la verrerie doit être lavée au préalable avec de l'acide nitrique concentré chaud (70-80°C) et rincée à l'eau bidistillée.

2.1. Spectrophotomètre d'absorption atomique équipé d'un four graphite, d'un correcteur d'absorption non spécifique et d'un enregistreur multipotentiométrique.

2.2. Lampe à cathode creuse au plomb.

2.3. Micropipettes de 5µg munies d'embouts spéciaux pour mesures d'absorption atomique.

3. Réactifs

Tous les réactifs doivent être de pureté analytique reconnue et, en particulier, être exempts de plomb. L'eau utilisée doit être de l'eau bidistillée dans un appareil en verre borosilicaté ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1. Acide phosphorique à 85 p. 100 (P20 = 1,71 g/ml)

3.2. Solution d'acide phosphorique obtenue par dilution de 6 ml d'acide phosphorique

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

© OIV 1994

à 100 ml avec de l'eau.

3.3. Acide nitrique (P20 = 1,38 g/ml)

3.4. Solution de plomb à 1 g par litre.

Utiliser une solution standard du commerce. Cette solution peut être obtenue par dissolution de 1,600 g de nitrate de plomb II, Pb (NO3)2, dans de l'acide nitrique dilué à 1 % (v/v) et ajustage du volume à 1 litre. Conserver la solution dans un flacon de verre borosilicaté à bouchon rodé.

3.5. Solution diluée d'acide nitrique à 1 % (v/v).

3.6. Solution obtenue en diluant la solution d'acide phosphorique à 6 % au 1/2 avec la solution d'acide nitrique à 1 %.

4. Mode opératoire

4.1. Préparation de l'échantillon

Ajouter à la prise d'essai de vin un volume égal de la solution (3.6) d'acides phosphorique et nitrique... Déterminer son absorbance.

Si elle est supérieure à 0,6, procéder à une dilution du vin (une dilution au 1/5 suffit dans la plupart des cas).

Préparer la solution à doser en ajoutant à la prise d'essai de vin dilué un volume égal de la solution d'acides phosphorique et nitrique.

4.2. Préparation des solutions de la gamme d'étalonnage.

A partir de la solution de référence de plomb, préparer des dilutions contenant pour 50 % du volume final la solution (3.6) d'acides phosphorique et nitrique. L'échelle de concentration de la gamme dépend de la sensibilité de l'appareillage. Par exemple préparer des solutions titrant 10 - 20 - 30 microgrammes de plomb par litre.

4.3. Détermination

4.3.1. Programme du four :

Étape	Température (°C)	Temp(s) Azote (1)	L/min	Lecture
1	75	2.0	3.0	

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

© OIV 1994

2	95	20	3.0	
3	140	15.0	3.0	
4	300	8.0	3.0	

1 L'argon pourrait être substitué à l'azote sous réserve que les résultats soient semblables.

4.3.2. Mesures

Sélectionner la longueur d'onde 283,3 nm. Régler le zéro de l'échelle des absorbances avec de l'eau bidistillée. Injecter dans le four programmé, à l'aide d'une micropipette ou au moyen d'un passeur automatique d'échantillon 3 fois 5µl de chacune des solutions de la gamme d'étalonnage et de la solution de l'échantillon à analyser.

Enregistrer les absorbances mesurées. Calculer la valeur moyenne de l'absorbance à partir des résultats relatifs aux 3 injections.

Les absorbances sont mesurées en hauteur de pics.

5. Expression des résultats

5.1. Calcul

Tracer la courbe des variations de l'absorbance en fonction des concentrations en plomb des solutions de la gamme d'étalonnage. La variation est linéaire. Reporter la valeur moyenne de l'absorbance de la solution de l'échantillon sur la droite d'étalonnage, en déduire la concentration C en plomb. La concentration en plomb exprimée en microgrammes par litre de vin est égale à : C x F

F = facteur de dilution.

5.2. Répétabilité

r = 9,4 µg/l

5.3. Reproductibilité

R = 15 µg/l.

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

© OIV 1994

BIBLIOGRAPHIE

1. MEDINA B., Application de la spectrométrie d'absorption atomique sans flamme au dosage de quelques métaux dans les vins, Thèse Doc. en Oenologie, Bordeaux, II, 1978.
2. MEDINA B. et SUDRAUD P., Feuillet Vert, O.I.V., 1979, N° 695.
3. O.I.V.: Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts, plomb 233-234 ; O.I.V. 11 Rue Roquépine, Paris (1990).
4. TEISSEDRE P.L., CABANIS M.T., CABANIS J.C., Comparaison de deux méthodes de minéralisation en vue du dosage du plomb par spectrométrie d'absorption atomique électrothermique.
5. Application à des échantillons de sols, feuilles de vigne, raisins, moûts et lies. Analysis in press (1993).

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

© OIV 1994