

Substances réductrices
(Résolution OIV/Oeno 377/2009)

1. Définition

Les substances réductrices sont constitués par l'ensemble des sucres à fonction cétonique ou aldéhydrique dosés par leur action réductrice sur la solution cupro-alcaline.

2. Principe des méthodes

Défécation

Méthodes usuelles : le vin est traité par l'un des réactifs suivants:

- Acétate neutre de plomb
- Hexacyanoferrate (II) de zinc

3. Défécation

Le liquide dans lequel les sucres seront dosés doit présenter une teneur en sucres comprise entre 0,5 et 5 g/l.

Si le vin est sec, il faut éviter de le diluer pendant la défécation; s'il est doux, il faut le diluer tout en le déféquant, de manière à amener la teneur en sucres entre ces limites, suivant le tableau ci-dessous.

Dénomination	Teneur en sucres comprise entre (g/l)	Masse volumique comprise entre	Dilution à prévoir (%)
Moûts et mistelles	> 125	> 1,038	1
Vins doux spiritueux ou non	25 à 125	1,005 à 1,038	4
Vins moelleux	5 à 25	0,997 à 1,005	20
Vins secs	< 5	< 0,997	pas de dilution

3.1. Méthodes

3.1.1. Défécation à l'acétate neutre de plomb

3.1.1.1. Réactifs

- Solution d'acétate neutre de plomb (approximativement saturée):

Acétate neutre de plomb, $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 250 g

Eau très chaude q.s.p. 500 mL

Agiter jusqu'à dissolution.

- Solution d'hydroxyde de sodium, 1M
- Carbonate de calcium.

3.1.1.2. Mode opératoire

- Vins secs

50 ml de vin sont placés dans une fiole jaugée de 100 ml ; ajouter 0,5 ($n-0,5$) ml de solution M d'hydroxyde de sodium, n étant le volume de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M utilisé pour doser l'acidité totale de 10 ml de vin. Ajouter en agitant 2,5 ml de solution saturée d'acétate de plomb et 0,5 g de carbonate de calcium, agiter à plusieurs reprises et abandonner au moins 15 min ; porter au trait de jauge avec de l'eau. Filtrer.

1 ml de filtrat correspond à 0,5 ml de vin.

- Moûts, mistelles, vins doux et vins moelleux

Dans une fiole jaugée de 100 ml, placer un volume de vin (ou de moûts ou de mistelles) ainsi défini, les dilutions ci-dessous étant données à titre indicatif:

1^{er} cas - Moûts et mistelles : diluer à 10 p. 100 le liquide à analyser, prélever 10 ml de cette dilution.

2^{ème} cas - Vins doux, vinés ou non, dont la masse volumique est comprise entre 1,005 et 1,038. Diluer à 20 p. 1000 de liquide à analyser, prélever 20 ml de cette solution.

3^{ème} cas - Vins moelleux, dont la masse volumique est comprise entre 0,997 et 1,005. Prélever 20 ml de vin non dilué.

Ajouter 60 ml d'eau environ, 0,5, 1 ou 2 ml d'acétate de plomb en solution saturée et 0,5 g de carbonate de calcium ; agiter et laisser au repos pendant 15 min . au moins en agitant de temps en temps. Porter au trait de jauge avec de l'eau. Filtrer.

1^{er} cas - 1 ml de filtrat correspond à 0,01 ml de moût ou de mistelle;

2^{ème} cas - 1 ml de filtrat correspond à 0,04 ml de vin doux;

3^{ème} cas - 1 ml de filtrat correspond à 0,20 ml de vin moelleux.

3.2.2. Défécation par l'hexacyanoferrate (II) de zinc

Ce procédé de défécation ne devra être utilisé que pour les vins blancs, les vins doux peu colorés et les moûts

3.2.2.1. *Réactifs*

Solution I d'hexacyanoferrate (II) de potassium

Hexacyanoferrate (II) de potassium (II), $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$	150 g
Eau q.s.p.	1000 ml

Solution II de sulfate de zinc :

Sulfate de zinc $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$	300 g
Eau q.s.p.	1000 ml

3.2.2.2. *Mode opératoire*

Dans une fiole jaugée de 100 ml, placer un volume de vin (ou de moût ou de mistelle) ainsi défini, les dilutions ci-dessous étant données à titre indicatif:

1^{er} cas - Moûts et mistelles : diluer à 10 p. 100 le liquide à analyser, prélever 10 ml de cette dilution.

2^e cas - Vins doux, vinés ou non, dont la masse volumique est comprise entre 1,005 et 1,038. Diluer à 20 p. 1000 de liquide à analyser, prélever 20 ml de cette solution.

3^{ème} cas - Vins moelleux, dont la masse volumique est comprise entre 0,997 et 1,005. Prélever 20 ml de vin non dilué.

4^{ème} cas : Vins secs, prélever 50 ml de vin non dilué.

Ajouter 5 ml de solution I d'hexacyanoferrate (II) de potassium et 5 ml de solution II de sulfate de zinc. Mélanger. Porter au trait de jauge avec de l'eau. Attendre 10 min. filtrer.

1^{er} cas - 1 ml de filtrat correspond à 0,01 ml de moût ou de mistelle;

2^{ème} cas - 1 ml de filtrat correspond à 0,04 ml de vin doux;

3^{ème} cas - 1 ml de filtrat correspond à 0,20 ml de vin moelleux.

4^{ème} cas - 1 ml de filtrat correspond à 0,50 ml de vin sec.

4. Dosage

4.1. *Réactifs*

- Solution cupro-alcaline :

Sulfate de cuivre pur ($CuSO_4 \cdot 5 H_2O$)	25 g
Acide citrique ($C_6 H_8 O_7, H_2O$)	50 g
Carbonate de sodium cristallisé ($Na_2 CO_3 \cdot 10 H_2O$)	388 g
Eau q.s.p.	1000 ml

Dissoudre le sulfate de cuivre dans 100 ml d'eau, l'acide citrique dans 300 ml d'eau et le carbonate de sodium dans 300 à 400 ml d'eau chaude. Mélanger la solution d'acide citrique et la solution de carbonate de sodium. Ajouter ensuite la solution de sulfate de cuivre et porter au litre.

- Solution d'iodure de potassium à 30 p. 100

Iodure de potassium (KI)	30 g
Eau q.s.p.	100 ml

Conserver en flacon de verre teinté.

- Acide sulfurique à 25 p. 100

Acide sulfurique pur $\rho_{20} = 1,84$ g/ml	25 g
Eau q.s.p.	100 ml

Verser l'acide dans l'eau, laisser refroidir et porter à 100 ml.

- Empois d'amidon à 5 g/l

Délayer 5 g d'amidon dans 500 ml d'eau environ. Porter à ébullition en agitant et maintenir l'ébullition pendant 10 min. Ajouter 200 g de chlorure de sodium. Porter au litre après refroidissement.

- Thiosulfate de sodium solution 0,1 M

- Solution de sucre interverti à 5 g/l, solution à utiliser pour vérifier la technique du dosage.

Dans une fiole jaugée de 200 ml, placer :

Saccharose pur et sec	4,75 g
Eau environ	100 mL
Acide chlorhydrique pur ($\rho_{20} = 1,16 - 1,19$ g/mL)	5 mL

Plonger la fiole dans un bain d'eau à 60 °C pendant un temps suffisant pour que la température de la solution atteigne 50 °C, température que l'on maintient durant 15 min. Abandonner ensuite la fiole au refroidissement spontané durant 30 min. puis refroidir par immersion dans un bain d'eau froide. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 l, porter au litre. Cette solution se conserve bien durant un mois. Au moment de l'emploi neutraliser la prise d'essai (cette solution est approximativement 0,06 M acide), avec une solution d'hydroxyde de sodium.

4.2. Mode opératoire

Dans une fiole conique de 300 ml, placer 25 ml de solution cupro-alkaline, 15 ml d'eau et 10 ml de solution de défécation. Ce volume de solution sucrée ne doit pas contenir plus de 60 mg de sucre inverti.

Ajouter quelques grains de pierre ponce. Adapter à la fiole un réfrigérant à reflux et porter à l'ébullition qui doit être atteinte en 2 minutes. Maintenir l'ébullition pendant 10 min. exactement.

Refroidir immédiatement sous un courant d'eau froide. Après refroidissement complet, ajouter 10 ml de solution d'iodure de potassium à 30 p. 100, 25 ml d'acide sulfurique à 25 p. 100 et 2 ml d'empois d'amidon.

Titrer par la solution 0,1 M de thiosulfate de sodium. Soit n le nombre de millilitres utilisés.

Par ailleurs, effectuer un dosage témoin dans lequel 25 ml d'eau distillée remplacent les 25 ml de solution sucrée. Soit n' le volume de thiosulfate employé.

4.3. Expression des résultats

4.3.1. Calculs

La quantité de sucre, exprimée en sucre inverti, contenue dans la prise d'essai, est donnée dans le tableau ci-après en fonction du nombre $n' - n$ de millilitres de thiosulfate utilisés.

Exprimer la teneur du vin en grammes de sucre inverti par litre avec une décimale en tenant compte des dilutions effectuées au cours de la défécation et du volume de la prise d'essai.

Tableau de correspondance entre le volume de solution 0,1 M de thiosulfate de sodium: ($n'-n$) ml, et la quantité de sucres réducteurs en mg,					
Na ₂ S ₂ O ₃ (ml 0,1 M)	Sucres réducteurs (mg)	Diff,	Na ₂ S ₂ O ₃ (ml 0,1 M)	Sucres réducteurs (mg)	Diff,
1	2,4	2,4	13	33,0	2,7
2	4,8	2,4	14	35,7	2,8
3	7,2	2,5	15	38,5	2,8
4	9,7	2,5	16	41,3	2,9
5	12,2	2,5	17	44,2	2,9
6	14,7	2,6	18	47,2	2,9
7	17,2	2,6	19	50,0	3,0
8	19,8	2,6	20	53,0	3,0
9	22,4	2,6	21	56,0	3,1
10	25,0	2,6	22	59,1	3,1
11	27,6	2,7	23	62,2	
12	30,3	2,7			

BIBLIOGRAPHIE

- JAULMES P., *Analyses des vins*, 1951, 170, Montpellier.
 JAULMES P., BRUN Mme S., ROQUES Mme J., *Trav. Soc. Pharm.*, 1963, **23**, 19.
 SCHNEYDER J., VLECK G., *Mitt. Klosterneuburg, Rebe und Wein*, 1961, sér. A, 135.

LUFF, *Z. Ges. Braun.*, 1898, **21**, 319; *Chemiker Zentralblatt*, 1898, **II**, 393.
SCHOORL N., *Z. Lebensmit. Unters. Forsch.*, 1929, No. 566, 57.