

Acidité volatile

1. Définition

L'acidité volatile est constituée par les acides appartenant à la série acétique qui se trouvent dans le vin à l'état libre et à l'état salifié.

2. Principe de la méthode

Titration des acides volatils séparés du vin par entraînement à la vapeur d'eau et rectification des vapeurs.

Le vin est au préalable débarrassé du dioxyde de carbone.

L'acidité du dioxyde de soufre libre et du dioxyde de soufre combiné distillés dans ces conditions doit être retranchée de l'acidité du distillat.

L'acidité de l'acide sorbique éventuellement ajouté au vin doit également être retranchée.

Remarque : L'acide salicylique utilisé dans certains pays pour stabiliser les vins préalablement à l'analyse se retrouve en partie dans le distillat. Il est nécessaire de le doser et de le défalquer de l'acidité. La méthode de dosage est donnée en annexe de ce chapitre.

3. Appareillage

3.1. Appareil à entraînement à la vapeur d'eau composé :

- d'un générateur de vapeur d'eau; la vapeur d'eau produite doit être exempte de dioxyde de carbone,
- d'un barboteur,
- d'une colonne rectificatrice,
- d'un réfrigérant.

Cet appareil doit répondre aux trois essais suivants :

- a) Placer dans le barboteur 20 ml d'eau bouillie; recueillir 250 ml de distillat et les additionner de 0,1 ml de solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium et 2 gouttes de la solution de phénolphtaléine; la coloration rose doit être stable pendant au moins 10 secondes (vapeur d'eau exempte de dioxyde de carbone).
- b) Placer dans le barboteur 20 ml d'une solution 0,1 M d'acide acétique. Recueillir 250 ml de distillat. Titrer avec la solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium. Le volume versé doit être au moins égal à 19,9 ml. (acide acétique entraîné $\geq 99,5$ %).

c) Placer dans le barboteur 20 ml d'une solution M d'acide lactique. Recueillir 250 ml de distillat et titrer l'acidité avec la solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium.

Le volume versé doit être inférieur ou égal à 1,0 ml (acide lactique distillé $\leq 0,5$ %).

Tout appareil ou toute technique qui satisfait à ces essais constitue un appareil ou une technique officielle internationale.

3.2. Trompe à vide d'eau.

3.3. Fiole à vide.

4. Réactifs

4.1. Acide tartrique cristallisé.

4.2. Solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium.

4.3. Solution de phénolphaléine à 1 p. 100 dans l'alcool à 96 % vol. neutre.

4.4. Acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) dilué $\frac{1}{4}$ (v/v).

4.5. Solution 0,005 M d'iode.

4.6. Iodure de potassium cristallisé.

4.7. 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 minutes; ajouter 200 g de chlorure de sodium. Porter au litre après refroidissement.

4.8. Solution saturée de borate de sodium ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$), soit environ 55 g/l à 20 °C.

4.9. Solution 0,1 M d'acide acétique.

4.10. Solution M d'acide lactique (pour la préparation, voir au chapitre *Acide lactique*, en 2. Réactifs).

5. Mode opératoire

5.1. *Préparation de l'échantillon* : élimination du dioxyde de carbone.

Placer environ 50 ml de vin dans une fiole à vide; agiter et en même temps faire le vide au moyen de la trompe à vide d'eau. L'agitation doit durer 1 à 2 min.

5.2. *Entraînement à la vapeur d'eau*.

Placer 20 ml de vin décarboniqué comme indiqué en 5.1 dans le barboteur. Ajouter 0,5 g environ d'acide tartrique. Recueillir au moins 250 ml de distillat.

5.3. *Titrage*

Titrer par la solution 0,1 M d'hydroxyde (3.2) de sodium en présence de 2 gouttes de solution de phénolphthaléine, soit n ml le volume versé.

Ajouter 4 gouttes d'acide chlorhydrique dilué $\frac{1}{4}$, 2 ml d'empois d'amidon et quelques cristaux d'iodure de potassium. Titrer le dioxyde de soufre libre par la solution 0,005 M d'iode.

Soit n' ml le volume versé.

Ajouter la solution saturée de borate de sodium jusqu'à réapparition de la coloration rose. Titrer le dioxyde de soufre combiné par la solution 0,005 M d'iode. Soit n'' ml le volume versé.

6. Expression des résultats

6.1. Mode de calcul

L'acidité volatile exprimée en milliéquivalents par litre avec une décimale sera :

$$5 (n - 0,1 n' - 0,05 n'')$$

L'acidité volatile exprimée en g d'acide sulfurique par litre avec deux décimales sera :

$$0,245 (n - 0,1 n' - 0,05 n'')$$

L'acidité volatile exprimée en g d'acide acétique par litre avec deux décimales sera :

$$0,300 (n - 0,1 n' - 0,05 n'')$$

6.2. Répétabilité (r) :

$$r = 0,7 \text{ me/l}$$

$$r = 0,03 \text{ g d'acide sulfurique/l}$$

$$r = 0,04 \text{ g d'acide acétique/l.}$$

6.3 Reproductibilité (R) :

$$R = 1,3 \text{ me/l}$$

$$R = 0,06 \text{ g d'acide sulfurique/l}$$

$$R = 0,08 \text{ g d'acide acétique/l.}$$

6.4. Cas d'un vin additionné d'acide sorbique.

L'acide sorbique étant entraînable à la vapeur d'eau à 96 % pour un volume de distillat de 250 ml, son acidité doit être retranchée de l'acidité volatile, sachant que 100 mg d'acide sorbique correspondent à une acidité de 0,89 milliéquivalent, ou de 0,044 g d'acide sulfurique ou de 0,053 g d'acide acétique et connaissant la teneur en acide sorbique (mg/l) déterminée par ailleurs.

ANNEXE

Dosage de l'acide salicylique entraîné dans le distillat de l'acidité volatile

1. *Principe*

Après le dosage de l'acidité volatile et la correction du dioxyde de soufre, la présence d'acide salicylique est caractérisée, après acidification, par la coloration violette qui apparaît après addition d'un sel de fer III.

Le dosage de l'acide salicylique entraîné dans le distillat avec l'acidité volatile est effectué sur un deuxième distillat de volume égal à celui sur lequel a été effectué le dosage de l'acidité volatile. Dans ce distillat, l'acide salicylique est dosé par une méthode colorimétrique de comparaison. Il est défalqué de l'acidité du distillat de l'acidité volatile.

2. *Réactifs*

- Acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ à $1,19$ g/ml).
- Thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en solution 0,1 M).
- Solution de sulfate de fer III et d'ammonium, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ à 10 p. 100 (m/v).
- Solution de salicylate de sodium 0,01 M. Solution contenant 1,60 g/l de salicylate de sodium $\text{NaC}_7\text{H}_5\text{O}_3$.

3. *Mode opératoire*

3.1. Caractérisation de l'acide salicylique dans le distillat de l'acidité volatile.

Immédiatement après le dosage de l'acidité volatile et la correction du dioxyde de soufre libre et combiné, ajouter dans la fiole conique 0,5 ml d'acide chlorhydrique, 3 ml de la solution 0,1 M de thiosulfate de sodium et 1 ml de la solution de sulfate de fer III et d'ammonium.

En présence d'acide salicylique, une coloration violette apparaît.

3.2. Dosage de l'acide salicylique

Sur la fiole conique précédente, indiquer par un trait repère le volume du distillat. Vider et rincer la fiole.

Soumettre à l'entraînement à la vapeur d'eau une nouvelle prise d'essai de 20 ml de vin et recueillir le distillat dans la fiole conique jusqu'au trait repère. Ajouter 0,3 ml d'acide chlorhydrique pur et 1 ml de la solution de sulfate de fer III et d'ammonium.

Le contenu de la fiole conique se colore en violet.

Dans une fiole conique identique à celle portant le trait repère, placer de l'eau distillée jusqu'au même niveau que celui du distillat. Ajouter 0,3 ml d'acide chlorhydrique pur, 1 ml de solution de sulfate de fer III et d'ammonium. Verser à la burette la solution de salicylate de sodium 0,01 M jusqu'à obtention d'une coloration violette de même intensité que celle de la fiole conique contenant le distillat de vin.

Soit n''' , le nombre de millilitres versés.

4. *Correction de l'acidité volatile*

Retrancher le volume $0,1 \times n'''$ du volume n ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M utilisé pour titrer l'acidité du distillat lors du dosage de l'acidité volatile.

BIBLIOGRAPHIE

Méthode unique :

JAULMES P., *Recherches sur l'acidité volatile des vins*, Thèse Diplôme. Pharm. 1991, Montpellier, Nîmes.

JAULMES P., *Ann. Fals. Frauds*, 1950, **43**, 110.

JAULMES P., *Analyse des vins*, 1951, 396, Montpellier.

JAULMES P., *Bull. O.I.V.*, 1953., **26**, n° 274, 48.

JAULMES P., MESTRES R., MANDROU Mlle B., *Ann. Fals. Exp. Chim.*, 1964, **57**, 119.