

RÉSOLUTION OENO 10/2007

DETERMINATION DE LA PRESENCE D'ACIDE METATARTRIQUE

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,

SUR PROPOSITION de la Sous-sommission des méthodes d'analyse et d'appréciation des vins,

DECIDE de compléter l'annexe A du Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts, par la méthode de type IV suivante:

TITRE	TYPE DE METHODE
DETERMINATION DE LA PRESENCE D'ACIDE METATARTRIQUE	IV

1. Introduction

L'acide métatartrique ajouté au vin pour éviter les précipitations tartriques est traditionnellement dosé par différence entre l'acide tartrique total après hydrolyse à chaud de l'acide métatartrique et l'acide tartrique naturel avant hydrolyse. Toutefois, compte tenu de la précision du dosage de l'acide tartrique, des traces d'acide métatartrique ne sont pas décelables par cette méthode, il faut donc caractériser cet additif non accepté dans certains pays par une méthode plus spécifique.

2. Domaine d'application

Vins susceptibles de contenir de l'acide métatartrique à l'état de trace.

3. Principe

L'acide métatartrique forme avec l'acétate de cadmium en milieu moyennement acide, un précipité insoluble ; il est le seul de tous les éléments présents dans le moût et le vin à donner un tel précipité.

Remarque : L'acide tartrique est aussi précipité avec l'acétate de cadmium, mais seulement en présence d'une teneur en alcool supérieure à 25 % vol. Le précipité se

re-dissous dans l'eau, contrairement au précipité obtenu avec l'acide métatartrique. Le précipité cadmique d'acide métatartrique est décomposé par chauffage avec de l'hydroxyde de sodium et libère l'acide tartrique. Ce dernier forme avec le métavanadate d'ammonium une coloration orangée spécifique.

4. Réactifs

- 4.1. Solution d'acétate de cadmium à 5 p.100
 - 4.1.1. Acétate de cadmium dihydraté à 98 %
 - 4.1.2. Acide acétique pur
 - 4.1.3. Eau distillée ou déminéralisée
 - 4.1.4. Solution d'acétate de cadmium : dissoudre 5 g d'acétate de cadmium (4.1.1) dans 99 mL d'eau (4.1.3) ajouter 1 mL d'acide acétique pur (4.1.2)
- 4.2. Hydroxyde de sodium 1M
- 4.3. Acide sulfurique 1M
- 4.4. Solution de métavanadate d'ammonium à 2 p. 100 en poids
 - 4.4.1. Métavanadate d'ammonium
 - 4.4.2. Acétate de sodium trihydrate à 99 %
 - 4.4.3. Solution d'acétate de sodium à 27 p. 100 : dissoudre 478 g d'acétate de sodium (4.4.2) dans 1 litre d'eau (4.1.3)
 - 4.4.4. Solution de métavanadate d'ammonium : dissoudre 10 g de métavanadate d'ammonium (4.4.1) dans 150 mL d'hydroxyde de sodium 1 M (4.2) ajouter 200 mL de la solution d'acétate de sodium à 27 p. 100 (4.4.3) et compléter à 500 mL avec de l'eau (4.1.3)
- 4.5. Ethanol à 96 % vol.

5. Appareillage

- 5.1. Centrifugeuse avec un rotor pouvant recevoir des flacons de 50 mL de capacité
- 5.2. Spectromètre pouvant fonctionner dans le visible et recevoir des cuves de 1 cm de trajet optique.

6. Mode opératoire

- 6.1. Centrifuger 50 mL de vin pendant 10 minutes à 11000 rpm
- 6.2. Prélever 40 mL de vin limpide à l'éprouvette et les placer de nouveau dans un

flacon pour centrifugeuse

6.3. Ajouter 5 mL d'éthanol à 96 % vol (4.5)

6.4. Ajouter 5 mL de la solution d'acétate de cadmium (4.1.4)

6.5. Mélanger et laisser reposer 10 minutes

6.6. Centrifuger pendant 10 minutes à 11000 rpm

6.7. Décanter par retournement total du flacon (une fois) et jeter le surnageant.

En présence d'acide métatartrique, il se forme un précipité lamellaire au fond du tube.

En l'absence de précipité, l'échantillon sera considéré comme exempt d'acide métatartrique. Dans le cas contraire ou si l'on veut établir avec certitude la présence d'un léger précipité, procéder comme suit :

6.8. Laver une fois le précipité avec 10 mL d'eau (4.1.3) sous la forme d'un jet énergique vers le fond du tube ce qui à pour but de détacher le précipité du fond

6.9. Ajouter 2 mL de solution d'acétate de cadmium (4.1.4)

6.10. Centrifuger à 11000 rpm pendant 10 minutes puis jeter le surnageant par retournement complet du tube (une fois)

6.11. Après addition d'un mL d'hydroxyde de sodium 1 M (4.2), plonger le tube à centrifuger pendant 5 minutes dans un bain d'eau à 100° C

6.12. Après refroidissement, ajouter 1 mL d'acide sulfurique 1M (4.3) et 1 mL de solution de métavanadate d'ammonium (4.4.4)

6.13. Attendre 15 minutes

6.14. Centrifuger durant 10 minutes à 11000 rpm

6.15. Verser le surnageant dans une cuve de spectrophotomètre et mesurer l'absorbance à 530 nm, après avoir fait le zéro avec de l'eau (4.1.3)

Soit Abs_E

Témoin. On réalise en parallèle un témoin constitué du même vin que celui analysé mais chauffé préalablement 2 minutes 30 à l'aide d'un générateur de micro-ondes réglé sur la puissance maximum ou encore au bain d'eau à 100° C durant 5 minutes

Soit Abs_T

7. Résultat

La présence d'acide métatartrique dans le vin est établie lorsque, à 530 nm :

$\text{Abs}_E - \text{Abs}_T > 0,050$