

## RÉSOLUTION OENO 25/2004

### DICARBONATE DE DIMETHYLE (DMDC)

L'ASSEMBLEE GENERALE,

VU l'article 2 paragraphe 2 iv de l'accord du 3 avril 2001 portant création de l'organisation internationale de la vigne et du vin

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

DECIDE d'ajouter dans le Codex OEnologique internationalInternational, la monographie suivante :

### DICARBONATE DE DIMETHYLE (DMDC)

Pyrocarbonate de diméthyle

N° SIN = 242

C.A.S 004-525-33-1

EINECS :224-859-8

Formule chimique :  $C_4H_6O_5$

$H_3C-O-(C=O)-O-(C=O)-O-CH_3$ ,

Poids moléculaire : 134,09

#### 1. Objet, origine et domaine d'application

Antiseptique principalement actif contre les levures. Produit de synthèse.

#### 2. Etiquetage

Doivent être indiquée sur l'étiquette le nom « Dicarbonate de diméthyle », le numéro de lot, la date limite d'utilisation, la température de stockage (20 – 30 °C) et les consignes de sécurité.

#### 3. Caractères

Liquide incolore, se décompose en solution aqueuse. Corrosif pour la peau et les yeux, toxique en cas d'inhalation et d'ingestion.

Après dilution dans l'eau, il se forme du  $\text{CO}_2$ , qui peut être caractérisé.

Point de fusion : 17 °C.

Point d'ébullition : 172 °C avec décomposition.

Densité à 20 °C : environ 1,25.

Spectre infrarouge : absorption maximum à 1156 nm et 1832 nm.

## **4. CARACTERISATION**

### **4.1. Principe de la méthode**

L'échantillon est mélangé avec un excès de dibutylamine, avec laquelle il réagit directement. L'excès d'amine est dosé en retour avec un acide.

### **4.2. Appareils**

- 4.2.1. Vase cylindrique de 150 ml
- 4.2.2. Eprouvette graduée de 100 ml
- 4.2.3. Pipette de 20 ml
- 4.2.4. Electrode en verre / électrode de référence
- 4.2.5. pH mètre
- 4.2.6. Burette à piston de 20 ml
- 4.2.7. Agitateur magnétique
- 4.2.8. Seringue jetable de 2 ml

### **4.3. Réactifs**

- 4.3.1. Acétone pure
- 4.3.2. Solution molaire de dibutylamine  $[\text{C}_8\text{H}_{19}\text{N}] = 1 \text{ mol/l}$
- 4.3.3. Peser 128 g de dibutylamine, ajouter du chlorobenzène jusqu'au trait de jauge de la fiole de 1 litre.
- 4.3.4. Solution molaire d'acide chlorhydrique  $[\text{HCl}] = 1 \text{ mol/l}$   
Déterminer la concentration massique par titrage au carbonate de sodium. Titre : t
- 4.3.5. Carbonate de sodium anhydre, desséché à l'étuve à 110 °C.

### **4.4. Mode Operatoire**

Verser environ 70 ml d'acétone (4.3.1) dans le vase cylindrique de 150 ml

Introduire à l'aide de la seringue jetable (4.2.8) et sous pesée (précision de  $\pm 0,1 \text{ mg}$ ) 1,0

à 1,3g (W) d'échantillon dans le vase cylindrique 4.2.1

Ajouter exactement 20 ml de la solution de dibutylamine (4.3.2) à l'aide de la pipette (4.2.3) et agiter énergiquement.

4.4.1. Titrer par potentiométrie l'excès d'amine avec l'acide chlorhydrique (4.3.4).

Consommation de solution d'HCl = V1 ml.

4.4.2. Effectuer un essai témoin selon 4.4, mais sans ajouter d'échantillon.

Consommation de solution d'HCl = V2 ml.

## 4.5. Résultat

$$\frac{(V2 - V1) \cdot t \cdot 134.1 \cdot 100}{1000 \cdot W} = \frac{(V2 - V1) \cdot t \cdot 13.41}{W} = \% \text{ dicarbonate de diméthyle}$$

La teneur en DMDC doit être supérieure ou égale à 99,8%

## 5. Teneur en métaux lourds (exprimée en plomb), EN MERCURE ET EN CHLORE

### 5.1. Solution tampon, pH = 3,5

Dissoudre 6,25 g d'acétate d'ammonium dans 6 ml d'eau, ajouter 6,4 ml d'acide chlorhydrique et diluer à l'eau jusqu'à 25 ml.

### 5.2. Solution pour essais :

Verser dans une fiole conique 5 ml de solution tampon, 25,0 g d'échantillon et environ 15 ml d'eau. Laisser l'échantillon s'hydrolyser pendant 3 jours, en secouant de temps en temps. Transférer la solution dans une fiole jaugée de 50 ml et compléter avec de l'eau jusqu'au repère.

### 5.3. Métaux Lourds

Déterminer la teneur en métaux lourds selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international.

La teneur en métaux lourds doit être inférieure à 10 mg/kg

### 5.4. Mercure

A partir de la solution pour essais (5.2), doser le mercure selon la méthode figurant au

chapitre II du Codex œnologique international. La teneur en mercure doit être inférieure à 1 mg/kg

## **5.5. Chlore**

A partir de la solution pour essais 5.2 (donc diluée 2 fois par rapport à la teneur initiale), doser le chlore selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international.

La teneur en chlore doit être inférieure à 3 mg/kg.

# **6. Dosage de l'arsenic, du plomb, et du cadmium par Spectrométrie d'absorption atomique**

## **6.1. Préparation de la solution pour essais**

Pour le dosage de l'arsenic, du plomb, et du cadmium, peser environ 100 g d'échantillon avec une précision de  $\pm 0,1$  g dans un vase cylindrique

Ajouter 200 ml d'eau et 5 ml d'acide sulfurique pur (R) et concentrer sur une plaque chauffante jusqu'à apparition des premières vapeurs d'acide sulfurique.

Rediluer la solution à l'eau et ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique pur (R). Verser en rinçant dans la fiole jaugée de 50 ml et compléter à l'eau jusqu'au repère.

## **6.2. Arsenic**

A partir de la solution pour essais (6.1), doser l'arsenic selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international. La teneur en arsenic doit être inférieure à 3 mg/kg.

## **6.3. Plomb**

A partir de la solution pour essais (6.1), doser le plomb selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international. La teneur en plomb doit être inférieure à 5 mg/kg.

## **6.4. Cadmium**

A partir de la solution pour essais (6.1), doser le cadmium selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international.

La teneur en cadmium doit être inférieure à 0,5 mg/kg.

## 7. Dosage du carbonate de diméthyle

La teneur en carbonate de diméthyle doit être inférieure à 0,2 %.

### 7.1. Principe de la méthode

La concentration de carbonate de diméthyle est déterminée par chromatographie en phase gazeuse. L'évaluation quantitative est effectuée en utilisant la méthyl-isobutylcétone comme étalon interne.

### 7.2. Appareils

7.2.1. Chromatographe en phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme et colonne capillaire (de type apolaire« SE 30 » ou autre ; une colonne polaire peut aussi être utilisée de type Carbowax 20 M), 50m x 0,3 mm.

7.2.2. Système d'acquisition des données.

7.2.3. Seringue à aiguille de quartz d'une contenance de 10 µl et utilisable pour l'injection dans la colonne (injection « on column ») (cf. remarque 7.7).

7.2.4. Flacon antibiotique de 10 ml à bouchon téfloné pouvant être scellé avec une capsule en aluminium à partie supérieure déchirable.

### 7.3. Etalon interne

Méthyl-isobutylcétone ultra pure

### 7.4. Mode opératoire

7.4.1. Peser environ 1 g d'échantillon à ± 1 mg (W1 mg) dans un flacon 7.2.4

7.4.2. Ajouter une quantité d'étalon interne (W2 mg) de méthyl-isobutylcétone (7.3) correspondant à 10 mg/kg après ajout (soit 10 µl par exemple)

7.4.3. Sceller le flacon, mélanger énergiquement et injecter 0,2 µl.

7.4.4 Déterminer l'aire du pic correspondant à l'étalon interne (F 2) et celle correspondante au carbonate de diméthyle (F 1)

### 7.5. Résultat

$$\frac{W2 . F1 . K . 100.}{F2 . W1} = \%mass\ of\ dimethyl\ carbonate$$

K = Facteur de réponse pour le carbonate de diméthyle calculé à partir de solutions de références de cette substance préparées de préférence dans du DMDC exempt de carbonate de diméthyle

#### **7.6. Remarque 1**

L'échantillon préparé avec le standard doit être analysé immédiatement.

#### **7.7. Remarque 2**

Une décomposition partielle du DMDC peut survenir au contact du métal des aiguilles de seringues traditionnelles.

### **8. CONSERVATION**

Le DMDC doit être conservé dans des récipients parfaitement étanches à une température comprise entre 20 et 30 °C. Sa durée de conservation est de 12 mois.