

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 CO₂, 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 [C₈H₁₉N] = 1 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 [HCl] = 1 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 ± 0,1 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 ± 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. Étalon 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

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

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.