

Brome total

1. Principe de la méthode

Incinération du vin à 525 °C en présence d'un excès de chaux sodée. Dosage colorimétrique à 590 nm de la tétrabromophénolsulfonephthaléine obtenue par action, sur la phénolsulfonephthaléine, du brome libéré par action de la chloramine T sur la solution des cendres portée à pH 4,65.

2. Appareillage

2.1 Bain d'eau à 100 °C.

2.2 Four électrique à régulation de température.

2.4 Spectrophotomètre permettant des mesures entre 300 et 700 nm.

3. Réactifs

3.1 Solution d'hydroxyde de sodium à 50 p. 100 (*m/m*)

3.2 Suspension d'hydroxyde de calcium 2 M contenant 120 g de CaO par litre.

3.3 Solution de phénolsulfonephthaléine:

0.24 g de phénolsulfonephthaléine (rouge phénol) sont dissous dans 24 ml de solution d'hydroxyde de sodium, 0,1 M et porté au litre avec de l'eau distillée.

3.4 Solution tampon pH 4,65 :

| | |
|-------------------------------|--------|
| acide acétique, 2 M | 500 ml |
| hydroxyde de sodium 2 M | 250 ml |
| eau distillée q.s.p. | 1 l |

3.5 Solution oxydante :

| | |
|---------------------------|-----|
| chloramine T | 2 g |
| eau distillée q.s.p. | 1 l |

Préparer cette solution 48 heures avant l'emploi

Conservation : 2 semaines à ± 4 °C

3.6 Solution réductrice :

| | |
|-----------------------------|------|
| thiosulfate de sodium | 25 g |
| eau distillée q.s.p. | 1 l |

3.7 Acide sulfurique, ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml) dilué 1/10 (v/v).

3.8 Acide sulfurique, ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml) dilué 1/100 (v/v).

3.9 Solution de bromure de potassium correspondant à 1 g de brome par litre.
1,489g de bromure de potassium, KBr, est dissous dans de l'eau distillée et porté au litre.

4. Mode opératoire

4.1 *Obtention des cendres et de la solution des cendres*

50 ml de vin, placés dans une capsule de silice de 7 cm de diamètre, sont additionnés de 0,5 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 50 p. 100 et de 1 ml de suspension d'hydroxyde de calcium 2 M. Vérifier que le pH est supérieur ou égal à 10. La capsule, recouverte d'un verre de montre, est abandonnée au repos pendant 24 h. Le liquide est ensuite évaporé au bain d'eau à 100°C jusqu'à siccité en s'aidant, pour accélérer l'opération, éventuellement d'un courant d'air chaud.

Effectuer ensuite l'incinération de la façon suivante : la capsule est laissée pendant 30 min. dans un four réglé à 525°C; après refroidissement le résidu est repris par un peu d'eau distillée, l'eau est éliminée sur le bain d'eau à 100°C; calciner à nouveau à 525°C. Cette opération est répétée jusqu'à ce que les cendres obtenues soient d'un blanc grisâtre.

Reprendre les cendres par 5 ml d'eau distillée bouillante. Ajouter à la burette de l'acide sulfurique dilué au 1/10, puis au 1/100 pour amener le pH entre 4 et 5, le pH étant mesuré à l'aide de papier indicateur. Soit X ml le volume de ces solutions sulfuriques versé. Ajouter alors 10,2 - (X + 5) ml d'eau distillée. Broyer à l'aide d'un petit agitateur le sulfate de calcium précipité. Transvaser le contenu de la capsule dans un tube à centrifugation. Centrifuger 10 min. Prélever dans un tube à essai les 8 à 9 ml de liquide limpide.

4.2 *Essai qualitatif*

Cet essai est destiné à savoir si la teneur en brome du vin étant comprise entre 0 et 1 mg/l, le dosage peut être effectué sur la solution des cendres sans dilution préalable.

Dans un petit tube à essai placer:

- 1 ml de solution des cendres,
- 1 goutte de solution tampon pH 4,65
- 1 goutte de solution de phénolsulfonephthaléine,
- 1 goutte de solution chloramine.

Après 1 min. exactement, arrêter la réaction par addition de 1 goutte de solution de thiosulfate de sodium.

Si la coloration obtenue est jaune, jaune brun ou jaune vert, la solution des cendres peut être utilisée telle quelle.

Si la coloration obtenue est bleu ou violette et *a fortiori* violette fugace, le vin contient plus de 1 mg de brome par litre; il faut diluer la solution des cendres au 1/2 ou au 1/5 et recommencer l'essai qualitatif sur la dilution jusqu'à ce que la coloration obtenue réponde aux conditions ci-dessus.

4.3 *Dosage proprement dit*

Dans un tube à essai placer :

- 5 ml de solution des cendres, diluée ou non, ajouter :
- 0,25 ml de solution tampon pH 4,65
- 0,25 ml of phénolsulfonephthaléine;
- 0,25 ml de solution de chloramine T;

attendre 1 min. exactement, et ajouter :

- 0,25 ml de solution de thiosulfate de sodium.

Examiner au spectrophotomètre à 590 nm dans une cuve de 1 cm de trajet optique par rapport à un témoin obtenu en ajoutant à 5 ml d'eau distillée les mêmes quantités de réactifs.

Remarque : Lorsque la teneur en brome est faible (coloration jaune à peine verdâtre), déterminer l'absorbance dans une cuve de 2 cm de trajet optique.

4.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

Au moment de l'emploi préparer une solution contenant 10 mg de brome par litre en faisant deux dilutions successives au $\frac{1}{10}$ de la solution titrée de bromure de potassium correspondant à 1 g de brome par litre.

Dans une série de tubes à essai, introduire 0,25, 0,50, 0,75, 1,00, 1,25, 1,50, 2,00 et 2,50 ml de la dilution à 10 mg de brome par litre; compléter à 5 ml avec de l'eau distillée, (la gamme obtenue correspond à des teneurs de 0,10, 0,20, 0,30, 0,40, 0,50, 0,60, 0,80 et 1 mg de brome par litre de vin dans les conditions opératoires décrites, sans dilution de la solution des cendres). Traiter les 5 ml de chacune de ces solutions comme il est indiqué pour la solution des cendres. Déterminer les absorbances de ces solutions par rapport au témoin préparé en traitant de la même façon 5 ml d'eau distillée. Les absorbances obtenues en fonction des teneurs en brome correspondantes se situent sur une droite légèrement incurvée vers l'origine.

5. Expression des résultats

5.1 Calculs

La teneur en brome du vin est obtenue en reportant sur la courbe d'étalonnage l'absorbance déterminée sur la solution des cendres et en tenant compte éventuellement de l'épaisseur de la cuve ou de la dilution de la solution des cendres effectuée.

La teneur en brome total est exprimée en milligrammes par litre (mg/l) avec deux décimales.

BIBLIOGRAPHIE

- DAMIENS A., *Bull. Sci. Pharmacologiques*, 1920, **27**, 609; Ibid, 1921, **28**, 37, 85 et 105.
BALANTRE P., *J. Pharm. Chem.*, 1936, **24**, 409.
PERRONET M., ROCQUES Mme S., *Ann. Fals. Fraudes*, 1952, **45**, 347.
CABANIS J.-C., *Le brome dans les vins*, Thèse doct. Pharm., Montpellier, 1962.
JAULMES P., BRUN Mme S., Cabanis J.-C., *Chim anal.*, 1962, 327.
STELLA C., *Riv. Viticolt. Enol.*, Conegliano, 1967, 5.