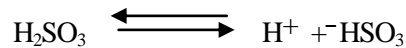


Dioxyde de soufre

1 Définitions

On appelle dioxyde de soufre libre, le dioxyde de soufre présent dans le moût ou le vin sous les formes suivantes : H_2SO_3 , HSO_3^- , dont l'équilibre est fonction du pH et de la température :



H_2SO_3 représente le dioxyde de soufre moléculaire.

On appelle dioxyde de soufre total l'ensemble des différentes formes de dioxyde de soufre présentes dans le vin à l'état libre ou combiné à ses constituants.

2. Dioxyde de soufre libre et total

2.1. Principe des méthodes

Le dioxyde de soufre est entraîné par un courant d'air ou d'azote; il est fixé et oxydé par barbotage dans une solution diluée et neutre de peroxyde d'hydrogène. L'acide sulfurique formé est dosé par une solution titrée d'hydroxyde de sodium.

Le dioxyde de soufre libre est extrait du vin par entraînement à froid (10 °C environ).

2.2. Méthode

2.2.1. Appareillage

L'appareil utilisé doit être conforme au schéma ci-dessous, principalement en ce qui concerne le réfrigérant.

Le tube d'amenée des gaz dans le barboteur B est terminé par une petite sphère de 1 cm de diamètre comportant sur son grand cercle horizontal 20 trous de 0,2 mm de diamètre. On peut également le terminer par une plaque de verre fritté assurant la formation d'un grand nombre de très petites bulles réalisant un bon contact des phases gazeuse et liquide.

Le débit gazeux qui doit parcourir l'appareil doit être de 40 l/h environ. Le flacon placé à la droite de l'appareil est destiné à limiter de 20 à 30 cm d'eau la dépression produite par la trompe à eau. Pour pouvoir régler cette dépression de manière que le débit soit correct, il y a avantage à placer un débitmètre à tube semi-capillaire entre le barboteur et le flacon.

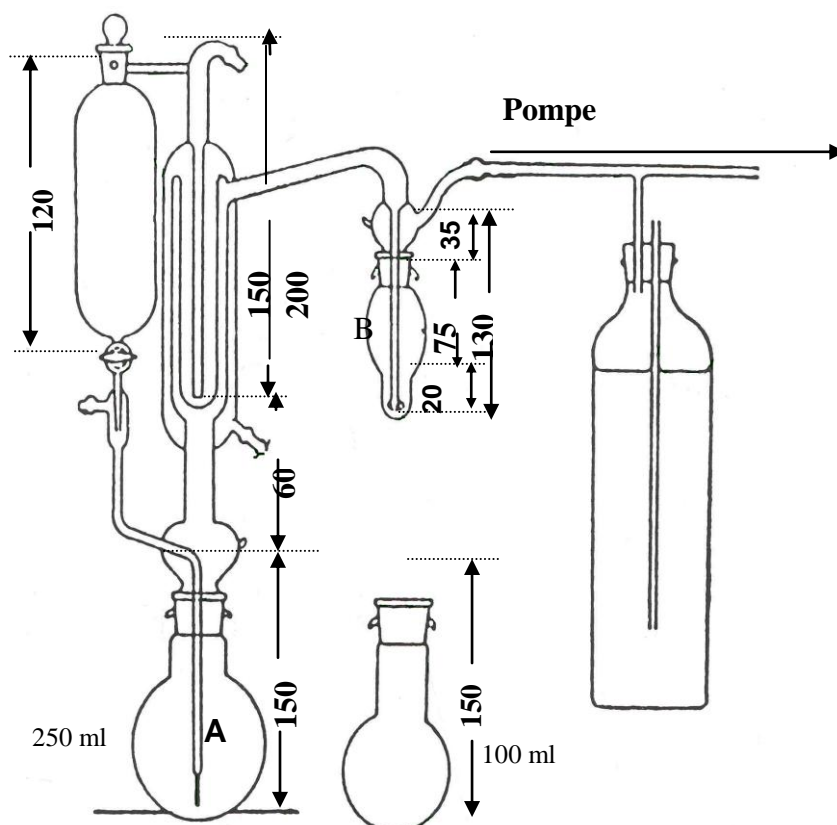


Figure 1 - Les dimensions sont indiquées en millimètres. Les diamètres internes des 4 tubes concentriques qui constituent le réfrigérant sont: 45, 34, 27 et 10 mm

2.2.2. Réactifs

2.2.2.1. Acide phosphorique 85% ($\rho_{20} = 1,71$ g/ml)

2.2.2.2. Solution de peroxyde d'hydrogène à 9,1 g d' H_2O_2 /l (3 volumes).

2.2.2.3. Réactif indicateur :

Rouge de méthyle	100 mg
Bleu de méthylène	50 mg
Alcool à 50 % vol.	100 ml

2.2.2.4. Solution 0,01 M d'hydroxyde de sodium.

2.2.3. Dosage du dioxyde de soufre libre

Le vin doit être maintenu à 20 °C en flacon plein et bouché pendant 2 jours avant le dosage.

2.2.3.1. Mode opératoire

- Dans le ballon A de 250 ml de l'appareil à entraînement, introduire 50 ml d'échantillon et 15 ml d'acide phosphorique (2.2.2.1). Mettre en place le ballon.
- Dans le barboteur B, placer 2 à 3 ml de solution de peroxyde d'hydrogène (2.2.2.2) 2 gouttes de réactif indicateur (2.2.2.3) et neutraliser la solution de peroxyde d'hydrogène par la solution 0,01 M d'hydroxyde de sodium (2.2.2.4). Adapter ce barboteur à l'appareil.

Faire ensuite barboter l'air (ou l'azote) pendant 15 minutes. Le dioxyde de soufre libre entraîné est oxydé en acide sulfurique. Retirer le barboteur de l'appareil et titrer l'acide formé par la solution d'hydroxyde de sodium 0,01 M (2.2.2.4).

Soit n le nombre de millilitres versés.

2.2.3.2. Expression des résultats

Le dioxyde de soufre libre est exprimé en milligrammes par litre (mg/l) sans décimale.

2.2.3.2.1. Calcul

Dioxyde de soufre libre en milligrammes par litre : $6,4 n$.

2.2.4. Dosage du dioxyde de soufre total

2.2.4.1. Mode opératoire

- Teneur présumée de l'échantillon ≤ 50 mg/l SO₂ total.

Dans le ballon A de 250 ml de l'appareil à entraînement, introduire 50 ml d'échantillon et 15 ml d'acide phosphorique (2.2.2.1). Mettre en place le ballon.

Remarque : Dans le cas des jus de raisin, on continuera à utiliser le mode opératoire décrit dans l'édition 1978 du *Recueil* (voir page 367).

- Teneur présumée de l'échantillon ≥ 50 mg/l SO₂ total.

Dans le ballon A de 250 ml de l'appareil à entraînement, introduire 20 ml d'échantillon et 5 ml d'acide phosphorique (2.2.2.1). Mettre en place le ballon.

Placer dans le barboteur B 2 à 3 ml de solution de peroxyde d'hydrogène (2.2.2.2), la neutraliser comme précédemment, porter le vin contenu dans le ballon A à l'ébullition au moyen d'une petite flamme de 4 à 5 cm de haut qui doit lécher directement le fond du ballon. Ne pas placer sous le ballon une toile métallique, mais le poser sur un disque percé d'un trou de 30 mm de diamètre. On évite ainsi la pyrogénéation des matières extractives du vin sur les parois du ballon.

Maintenir l'ébullition pendant le passage du courant d'air (ou d'azote). En 15 minutes, le dioxyde de soufre total a été entraîné et oxydé. Doser l'acide sulfurique formé par la solution 0,01 M d'hydroxyde de sodium (2.2.2.4).

Soit n le nombre de millilitres versés.

2.2.4.2. Expression des résultats

2.2.4.2.1. Calcul

Dioxyde de soufre total en milligrammes par litre.

- Échantillons pauvres en dioxyde de soufre (prise d'essai 50 ml) : $6,4 \cdot n$
- Autres échantillons (prise d'essai 20 ml) : $16 \cdot n$

2.2.4.2.2. Répétabilité (r)

Teneur < 50 mg/l (prise d'essai de 50 ml), r = 1 mg/l

Teneur > 50 mg/l (prise d'essai de 20 ml), r = 6 mg/l

2.2.4.2.3. Reproductibilité (R)

Teneur < 50 mg/l (prise d'essai de 50 ml), R = 9 mg/l

Teneur > 50 mg/l (prise d'essai de 20 ml), R = 15 mg/l

BIBLIOGRAPHIE

PAUL F., *Mitt. Klosterneuburg, Rebe u. Wein*, 1958, ser. A, 821.