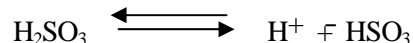


Dioxyde de soufre

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

Méthode rapide d'essai

Le dioxyde de soufre libre est dosé par titrage iodométrique direct.

Le dioxyde de soufre combiné est dosé, à la suite, par titrage iodométrique après hydrolyse alcaline. Ajouté au dioxyde de soufre libre, il permet d'obtenir le dioxyde de soufre total.

2.2. Méthode rapide d'essai

2.2.1. Réactifs

2.2.1.1. EDTA : sel disodique de l'acide éthylènediaminetétracétique.

2.2.1.2. Solution 4 M d'hydroxyde de sodium (160 g/l).

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

2.2.1.4. Empois d'amidon solution à 5 g/l.

Délayer 5 g d'amidon dans 500 ml d'eau environ. Porter à ébullition en agitant et maintenir l'ébullition pendant 10 minutes; ajouter 200 g de chlorure de sodium. Porter au litre après refroidissement.

2.2.1.5. Solution 0,025 M d'iode.

2.2.2. Dioxyde de soufre libre

Dans une fiole conique de 500 ml, placer :

- 50 ml de vin
- 5 ml d'empois d'amidon (2.2.1.4)
- 30 mg de EDTA (2.2.1.1)
- 3 ml de H_2SO_4 au $1/10$ (v/v) (2.2.1.3)

Titrer immédiatement par l'iode 0,025 M (2.2.1.5) jusqu'à ce que la coloration bleue persiste nettement durant 10 à 15 secondes. Soit n ml le volume d'iode utilisé.

2.2.3. Dioxyde de soufre combiné

Ajouter 8 ml de solution 4 M d'hydroxyde de sodium (2.2.1.2), agiter une seule fois et laisser 5 minutes en contact. Verser d'un seul coup et en agitant énergiquement le contenu d'un petit vase cylindrique dans lequel 10 ml d'acide sulfurique au 1/10e (2.2.1.3) avaient été placés. Titrer immédiatement par l'iode 0,025 M, (2.2.1.5). Soit n' le volume d'iode employé.

Ajouter 20 ml de solution 4 M d'hydroxyde de sodium (2.2.1.2), laisser en contact 5 minutes après avoir agité une seule fois. Diluer avec 200 ml d'eau aussi froide que possible.

En agitant énergiquement, verser d'un seul coup 30 ml d'acide sulfurique au $\frac{1}{10}$ préalablement placés dans une éprouvette. Titrer par l'iode 0,025 M (2.2.1.5) le dioxyde de soufre libéré. Soit n'' le volume d'iode employé.

2.2.4. Expression des résultats

2.2.4.1. Calcul

Dioxyde de soufre libre en milligrammes par litre : $32 n$

Dioxyde de soufre total en milligrammes par litre : $32 (n + n' + n'')$.

Remarques :

1. Pour les vins rouges pauvres en SO_2 il y a intérêt à employer de l'iode plus dilué que 0,025 M, par exemple : 0,01M. Remplacer le coefficient 32 par 12,8 dans les formules ci-dessus.
2. Pour les vins rouges, il y a avantage à éclairer le vin par-dessous avec un faisceau de lumière jaune obtenue à l'aide d'une ampoule électrique ordinaire et d'une solution de chromate de potassium ou à l'aide d'une lampe à vapeur de sodium. Il faut se placer dans une chambre noire et observer la transparence du vin, qui devient opaque dès que le virage de l'empois est atteint.
3. Lorsque la quantité de dioxyde de soufre trouvée avoisine ou dépasse la limite légale, il convient de doser le dioxyde de soufre total par la méthode de référence.
4. Lorsqu'on attache un intérêt particulier au dosage du dioxyde de soufre, il sera conventionnellement déterminé sur un échantillon maintenu pendant 2 jours à l'abri de l'air à la température de 20 °C avant l'analyse : celle-ci sera également exécutée à cette température.
5. Étant donné que certaines substances sont oxydées par l'iode en milieu acide, il est nécessaire - pour des dosages plus précis - d'évaluer la quantité d'iode ainsi utilisée. Pour cela, il faut combiner le dioxyde de soufre libre par un excès d'éthanal ou de propanal, avant d'effectuer le titrage par l'iode. À 50 ml de vin placés dans une fiole conique de 300 ml, ajouter 5 ml de solution d'éthanal ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}$ à 7 g/l) ou 5 ml d'une solution de propanal ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$) à 10 g/l.

Boucher et laisser au repos 30 minutes au moins. Ajouter 3 ml d'acide sulfurique au $\frac{1}{10}$ (2.2.1.3) et de l'iode 0,025 M (2.2.1.5) en quantité suffisante pour faire virer

l'empois d'amidon. Soit n''' le volume d'iode employé. Il doit être retranché de n (dioxyde de soufre libre) et de $n + n' + n''$ (dioxyde de soufre total).

n''' est généralement faible : 0,2 à 0,3 ml d'iode 0,025 M. Si le vin a été additionné d'acide ascorbique, n''' est beaucoup plus élevé et on peut, au moins approximativement, mesurer la quantité de ce produit par la valeur de n''' sachant que 1 ml d'iode 0,025 M oxyde 4,4 mg d'acide ascorbique. Par la mesure de n''' , on peut ainsi déceler sans difficultés les vins qui ont été additionnés d'acide ascorbique en quantité supérieure à 20 mg/l et qui ne s'est pas transformé en produits d'oxydation.

BIBLIOGRAPHIE

Méthode rapide d'essai :

RIPPER M., *J. Prakt. Chem.*, 1892, **46**, 428.

JAULMES, P., DIEUZEIDE J.-C., *Ann. Fals. Fraudes*, 1954, **46**, 9; *Bull. O.I.V.*, 1953, **26**, n° 274, 52.

KIELHOFER E., AUMANN H., *Mitt. Klosterneuburg, Rebe und Wein*, 1957, **7**, 289.

JAULMES P., HAMELLE M^{me} G., *Ann. Fals. Exp. Chim.*, 1961, **54**, 338