

Dosage de l'anhydride carbonique dans les vins tranquilles et mousseux

Autor(en): **Capt, E. / Schopfer, J.-F. / Dufour, A.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **60 (1969)**

Heft 2

PDF erstellt am: **09.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982480>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

The fatty acid distributions were computed from the gaschromatograms obtained; they are in agreement with the results obtained by different, proved transesterification methods.

Initial trouble with the FID resulting in loss of detector sensitivity was resolved by choice of an optimum H₂/air ratio.

After more than 30 injections no loss of sensitivity of the detector could be observed.

Literatur

1. *Hadorn H. und Zürcher K.*: Methoden zur Herstellung der Fettsäurenester. *Diese Mitt.* **58**, 236 (1967).
2. *Metcalf L. D. und Schmitz A. A.*: *Anal. Chem.* **33**, 363 (1961).
3. *Metcalf L. D. und Schmitz A. A.*: *Pelka J. R. Anal. Chem.* **38**, 514 (1966).
4. *Van Wijngaarden*: *Anal. Chem.* **39**, 484 (1967).
5. *Schomburg G.*: *Z. anal. Chem.* **189**, 14 (1962).

Dosage de l'anhydride carbonique dans les vins tranquilles et mousseux

E. Capt, J-F. Schopfer et A. Dufour

Station fédérale de recherches agronomiques, Lausanne

Le dosage de l'anhydride carbonique prend une importance de plus en plus grande en oenologie tant sur le plan technologique (vins pétillants, perlants ou mousseux que sur le plan légal et fiscal. Nous proposons une méthode simple, ayant le double avantage:

- a) De travailler en circuit fermé, évitant ainsi toute cause de perturbation extérieure;
- b) de travailler à froid, c'est-à-dire dans des conditions normales pour un vin, en évitant de produire par la chaleur une hydrolyse d'éventuelles combinaisons du CO₂, ainsi que le dégagement des acides volatils.

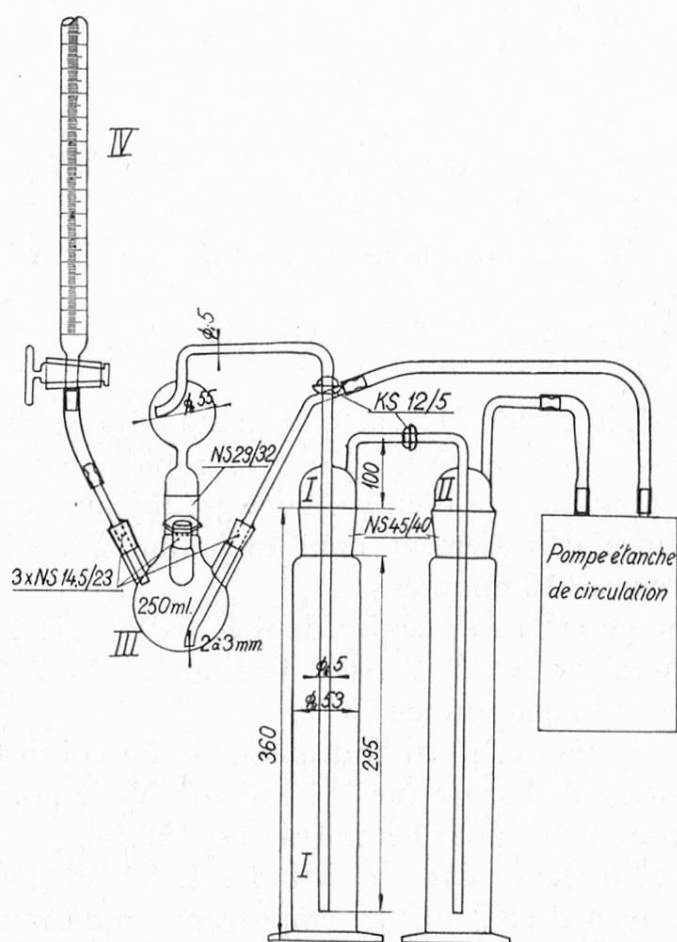
Principe de la méthode

Après oxydation de l'anhydride sulfureux par l'eau oxygénée, l'anhydride carbonique est déplacé du vin par une solution tampon de phosphate et entraîné en circuit fermé au travers d'un barboteur contenant de l'hydroxyde de baryum titré. On mesure l'excès de cet hydroxyde de baryum au moyen d'acide chlorhydrique titré.

Pour les vins mousseux, on procède selon la méthode de Hennig et Lay pour fixer tout l'acide carbonique sous forme de Na_2CO_3 (1).

Appareils

- Un appareil en verre pour extraction du CO_2 en circuit fermé selon le dessin de la fig. 1.
- Une pompe étanche (pour aquariums par exemple) permettant une circulation normale de l'air dans le circuit (2 à 10 bulles par seconde).
- Un réservoir d'environ 5 l pour l'eau de baryte titrée, avec dispositif pour prélever 150 ou 300 ml de solution à l'abri de l'air.
- Pipettes de 50 ml, 25 ml et 10 ml.



Réactifs

- Solution de soude caustique NaOH n/5.
- Solution de chlorure de Baryum $\text{Ba Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 90 g/l.
- Préparer la solution d'eau de baryte en mélangeant deux volumes de la solution de chlorure de Baryum No 2 avec un volume de soude caustique n/5.

En remplir un réservoir ad-hoc. Laisser reposer 24 à 48 heures (5 litres permettent environ 25 dosages).

4. Solution tampon de déplacement:

| | |
|---|------------|
| Phosphate monosodique $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | 400 g |
| Acide phosphorique H_3PO_4 (80 ‰) | 50 ml |
| Eau distillée bouillie | ad 1000 ml |
5. Lessive de soude NaOH 50 ‰.
6. Eau oxygénée à 10 ‰.
7. Sulfate de cuivre en poudre, $\text{Cu SO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$.
8. Indicateur de fin de titration:

| | |
|------------------|--------|
| Phénolphthaléine | 1 g |
| Thymolphthaléine | 0,5 g |
| Alcool 96 ‰ | 100 ml |
9. Acide chlorydrique HCl n/5.

Méthode pour les vins tranquilles ayant jusqu'à 4 g/l de CO_2

1. Placer la bouteille de vin non ouverte, couchée, pendant une nuit dans le réfrigérateur à 0°C .
2. Introduire dans le cylindre I exactement 150 ml d'eau de baryte. Monter le circuit selon le schéma.
3. Introduire au fond du ballon III quelques cristaux de sulfate de cuivre et 5 ml d' H_2O_2 10 ‰ (oxydation du SO_2). Prélever rapidement dans l'échantillon à doser 50 ml de vin, au moyen d'un cylindre gradué qui aura été préalablement refroidi; l'introduire délicatement dans le ballon à distiller III. Fermer le ballon et laisser reposer 10 minutes.
4. Enclencher la pompe et laisser couler dans le ballon III 20 ml de la solution tampon de déplacement No 3. Laisser fonctionner 20 à 30 minutes (selon le débit de la pompe et la quantité de CO_2).
5. Chaque journée de mesure, il est indispensable de contrôler par HCl n/5 le titre de cette solution de baryte sur 150 ml; soit V_1 le nombre de ml HCl n/5 nécessaires (environ 50 ml) pour neutraliser ces 150 ml.
6. Arrêter la pompe; prélever dans le cylindre I, 50 ml d'eau de baryte et les contretitrer au moyen d' HCl n/5 en employant l'indicateur thymolphthaléine-phénolphthaléine; soit V_2 le nombre de ml HCl n/5 employés.
7. Calcul de la teneur en CO_2 du vin:

$$X = 0,088 \times (V_1 - 3 V_2) \quad \text{en g de } \text{CO}_2/\text{l.}$$

Exprimer le résultat avec une seule décimale

Si le titre de la solution de baryte a baissé de plus de 2 % ($V_1 < 49$ ml) il est indiqué de corriger le résultat en le multipliant par $V_1/50$.

8. On peut également procéder pour les vins tranquilles de la même façon que pour les vins mousseux (voir ci-après sous la).
9. Pour prélever des échantillons de vin à la cuve, on peut également bloquer le CO_2 dans la bouteille servant à prélever l'échantillon en y introduisant 5 ml de soude à 50 % pour 100 ml de vin; adapter au robinet de prélèvement de l'échantillon un tuyau de caoutchouc afin de faire couler le vin directement dans la soude caustique. Pour connaître le volume du vin dans l'échantillon, la meilleure technique consiste à peser le flacon avant et après prélèvement.

Méthode pour les vins mousseux ayant plus de 3,5 à 4 g/l de CO_2

On suivra exactement la méthode de *Hennig* et *Lay* (1) pour fixer tout l'anhydride carbonique sous forme de Na_2CO_3 :

1. a) Placer la bouteille non ouverte, couchée, pendant une nuit dans le réfrigérateur à 0°C . Ouvrir la bouteille prudemment; retirer environ 50 ml de mousseux et ajouter en versant délicatement le long du bord 50 ml de soude caustique 50 % (No 4). Refermer immédiatement la bouteille; brasser délicatement son contenu et placer la bouteille dans un bain d'eau à 20°C .
1. b) Préparer si nécessaire la solution titrée de baryte dans le réservoir ad-hoc.
2. Prélever exactement 300 ml de cette baryte titrée, directement dans le cylindre récepteur I. Effectuer le montage de l'appareil. Remplir la burette IV d'au moins 40 ml de la solution de déplacement No 3.
3. Placer au fond du ballon III quelques cristaux de sulfate de cuivre et 5 ml H_2O_2 10 %.
 - a) *Pour un mousseux ayant entre 4 et 8 g/l de CO_2 :*
Pipeter délicatement 50 ml de vin, en aspirant très doucement. Fermer le ballon. Laisser reposer 10 min.
 - b) *Pour un mousseux ayant plus de 8 g/l de CO_2 :*
Pipeter de la même façon 25 ml de vin. Fermer le ballon et laisser reposer 10 min. *Le résultat du calcul sera à multiplier par 2.*
4. Mesurer dans un cylindre gradué le contenu de la bouteille de mousseux; y ajouter les 50 ou 25 ml prélevés pour le dosage:
soit Q le volume total en ml (par ex. 680 ml.) Le facteur de correction f dû à l'introduction de soude à 50 % se calcule comme suit:

$$f = \frac{Q}{Q-50} \quad (\text{dans notre exemple : } f = \frac{680}{630} = 1,079)$$

5 et 6 : voir ci-dessus pour les vins tranquilles.

7. Calcul de la teneur X en CO_2 du vin:

$$X = 0,088 \times (2 V_1 - 6 V_2) \times f \quad \text{en g/l de CO}_2$$

Exprimer le résultat avec une seule décimale

Si l'on a prélevé un échantillon de 25 ml (plus de 8 g/l de CO₂) multiplier X par 2.

Si le titre de la solution de baryte a baissé de plus de 2 %, il est indiqué de corriger le résultat en le multipliant par V₁/50.

Exactitude et reproductibilité de la méthode

a) Dosage de solution titrées de carbonates

| Solution titrée: | Conc. CO ₂ g/l | Dosage CO ₂ g/l | Erreur absol. g/l |
|--|---------------------------|----------------------------|-------------------|
| NaHCO ₃ Solution dans eau | 2,20 | 2,20 | 0 |
| | | 2,09 | - 0,11 |
| | | 1,64 | - 0,12 |
| | | 1,32 | 0 |
| | | 1,10 | 0 |
| | | 0,88 | + 0,07 |
| | | 0,44 | + 0,02 |
| Na ₂ CO ₃ Solution dans eau | 0,50 | 0,59 | + 0,09 |
| | | 0,59 | + 0,09 |
| | | 0,59 | + 0,09 |
| | | 0,56 | + 0,06 |
| | 1,0 | 0,55 | + 0,05 |
| | | 0,55 | + 0,05 |
| | | 1,06 | + 0,06 |
| | | 1,06 | + 0,06 |
| | | 1,05 | + 0,05 |

| Solution titrée: | Conc. CO ₂ g/l | Dosage CO ₂ g/l | Erreur absol. g/l | |
|--|---------------------------|----------------------------|-------------------|--------|
| Na ₂ CO ₃ Solution dans eau | 2,0 | 2,04 | + 0,04 | |
| | | 2,01 | + 0,01 | |
| | | 2,00 | 0 | |
| | | 3,0 | 2,97 | - 0,03 |
| | | | 2,99 | - 0,01 |
| | | | 2,97 | - 0,03 |
| | 5,0 | 4,98 | - 0,02 | |
| | | 4,88 | - 0,12 | |
| | | 5,21 | + 0,21 | |
| | | 4,89 | - 0,11 | |
| | | 10,0 | 9,94 | - 0,06 |
| | | | 10,21 | + 0,21 |
| | | 10,07 | + 0,07 | |
| | | 9,99 | - 0,01 | |

L'erreur absolue est en moyenne plus petite que $\pm 0,1$ g/l. Deux analyses seulement donnent une erreur de 0,2 g/l, pour de fortes concentrations de CO₂.

b) Dosages effectués dans différents vins

| Vin | CO ₂ dosé g/l | Moyenne g/l | Ecart de la moyenne g/l |
|---|--|-------------|--|
| Chasselas pétillant en cuve | 1,58 1,61 1,63 | | - 0,02 + 0,01 + 0,03 |
| Pully 1967 échantillon 1 | 1,63 1,63 1,63 1,53 1,55 | 1,60 | + 0,03 + 0,03 + 0,03 - 0,07 - 0,05 |
| Chasselas pétillant en cuve No 2 | 1,48 1,48 1,43 | | + 0,02 + 0,02 - 0,03 |
| Pully 1967 | 1,45 1,45 | 1,46 | - 0,01 - 0,01 |
| Mousseux cuve close 1967 sec échantillon 3 | 5,70 5,79 5,72 5,75 5,80 5,80 | 5,76 | - 0,06 + 0,03 - 0,04 - 0,01 + 0,04 + 0,04 |
| Mousseux cuve close 1967, sec échantillon 4 | 6,15 6,15 6,15 | 6,15 | 0 0 0 |

| Vin | CO ₂ dosé g/l | Moyenne g/l | Ecart de la moyenne g/l |
|---|--------------------------------------|-------------|----------------------------|
| Chasselas pétillant en cuve | 1,12 1,20 1,28 | | - 0,13 - 0,05 + 0,03 |
| Changins 1967 échantillon 5 | 1,18 1,37 1,37 | 1,25 | - 0,07 + 0,12 + 0,12 |
| Chasselas pétillant Changins 1967 échantillon 6 | 1,26 1,26 1,26 1,26 1,26 | 1,26 | 0 0 0 0 0 |
| Chasselas Pully 1966 en bout. échantillon 7 | 0,44 0,42 | 0,43 | + 0,01 - 0,01 |
| Mousseux cuve close 1967, sec échantillon 8 | 5,32 5,18 5,47 | 5,32 | 0 - 0,14 + 0,15 |

La reproductibilité est donc excellente puisqu'en aucun cas on n'observe d'écart supérieur à $\pm 0,15$ g/l par rapport à la moyenne.

Durée d'une mesure: 35 à 50 minutes environ.

Résumé

Les auteurs décrivent une méthode de dosage de l'anhydride carbonique dans les vins par déplacement à froid en circuit fermé et capture du CO₂ par de l'eau de baryte.

La méthode est simple: les résultats sont précis (à 0,1 g/l près) et reproductibles.

Zusammenfassung

Die Autoren beschreiben die Bestimmung der Kohlensäure im Wein durch Verschiebung im kalten Zustand in geschlossenem Umlauf und durch anschließendes Auffangen der Kohlensäure im Barytwasser.

Die Methode ist einfach: die Resultate sind präzise (bis zu 0,1 g/l) und reproduzierbar.

Bibliographie

1. *K. Hennig et A. Lay*: Die Bestimmung der Kohlensäure in Wein, Perlwein und Schaumwein. *Weinberg und Keller* 9 (6) — 202 (1962).
2. *H. Tanner et H. Rentschler*: Die Bestimmung des Kohlensäuregehaltes von Schaumweinen. *Schw. Weintzg.* 59 — 694 (1959).
3. *L. Benvegnin et E. Capt*: Méthode simple de dosage de l'acide carbonique dans les vins. *Mittl. Lebensmitt. Unt. u. Hyg.* 29 (1/2) 28 — (1938).
4. Industry Circular No 59—47: Alcohol and Tobacco Tax Division. USA, Washington 25. DC Carbon Dioxide Test Procedures (8 July 1959).
5. *J. Schneyder et F. Epp*: Dosage volumétrique de l'acide carbonique du vin. *Rebe und Wein* p. 39 (1955).
6. *Blom J.*: Bestimmung von Kohlensäure im Bier. *Brauwelt* 95; 645—646 (1955).