

Mesure de l'acidité totale d'un vin

Les vins contiennent de nombreux acides organiques (acétique, malique, tartrique, citrique, lactique, succinique,...) en quantités plus ou moins notables. Lors de leur fabrication, les jus de raisin sont généralement additionnés de dioxyde de soufre ($\text{SO}_{2\text{aq}} / \text{HSO}_3^- / \text{SO}_3^{2-}$ $pK_1 = 1,8$; $pK_2 = 7,2$). La fermentation charge les vins en dioxyde de carbone ($\text{CO}_{2\text{aq}} / \text{HCO}_3^- / \text{CO}_3^{2-}$). Ainsi le pH des vins est acide (pH compris entre 2,7 et 3,7).

Par convention, l'acidité totale se mesure par la quantité d'hydroxyde nécessaire pour amener le pH à 7,0. Par convention, le dioxyde de carbone ne fait pas partie de l'acidité totale. L'expression naturelle du résultat de la mesure d'acidité totale est en mol/L (on préfère en fait les mmol/L ou meq/L). La réglementation européenne conseille d'exprimer l'acidité totale en grammes d'acide tartrique par litre. Il s'agit d'exprimer le résultat en concentration massique en acide tartrique en « imaginant » le vin comme une solution aqueuse d'acide tartrique (diacide $\text{HO}_2\text{C} - \text{CHOH} - \text{CHOH} - \text{CO}_2\text{H}$, $pK_1 = 3,1$; $pK_2 = 4,3$; $M = 150,09$ g/mol) (l'acidité d'un vin provient à plus de 50 % de l'acide tartrique).

1. Travail à réaliser, modes opératoires

1.1 Elimination du CO₂ (décarbonation)

Par dégazage sous vide, accéléré par une agitation de la solution (quelques minutes).

Remarque : cette opération ne permet pas d'éliminer le dioxyde de soufre SO_2 dissous.

1.2 Dosage du vin décarboniqué par la soude.

Étalonner le pH-mètre.

- Prélever $E=10,00$ mL de vin décarboniqué et ajouter environ 10 mL d'eau distillée dépourvue de dioxyde de carbone (bouillie refroidie) dans l'erlenmeyer.
- Doser par NaOH fraîchement étalonnée aux environs de 0,1 mol/L (voir étalonnage en document annexe). Noter le volume de NaOH versée pour obtenir un pH égal à 7,0 exactement, à 20°C.

Réaliser les mesures selon un plan d'acceptabilité à 2 mesures puis éventuellement une troisième mesure en conditions de répétabilité. Ecart-type de répétabilité $s_r = 5 \cdot 10^{-4}$ mol/L.

Réaliser au moins une des manipulations (la première par exemple) en suivi pH métrique au fur et à mesure de l'ajout de NaOH. Il est alors demandé de suivre l'évolution du pH au delà de 7, par exemple jusqu'à 10 et de consigner les résultats sur un graphe $\text{pH} = f(\text{volume de NaOH versé})$. Ne pas oublier de noter le volume de NaOH versée pour obtenir un pH égal à 7,0 exactement.

2. Compte-rendu

- Résultats de l'étalonnage de la solution de NaOH fraîchement préparée.
- Résultats expérimentaux du dosage et résultat établi en mol de OH^- nécessaire au titrage par L de vin et en g (d'acide tartrique) par L de vin.
- Le graphe $\text{pH} = f(\text{volume de NaOH versé})$ commenté.
- Pour $\text{SO}_{2\text{aq}} / \text{HSO}_3^- / \text{SO}_3^{2-}$ quelle est la forme majoritaire dans le vin ? $pK = 1,81$ et $7,2$.
- Une méthode alternative de décarbonation est le chauffage à reflux. Expliquer sur quel principe repose cette méthode.
- Aurait-on pu réaliser le dosage simplement en utilisant un indicateur coloré ? Voir annexe 2 pour justifier la réponse.

Note importante :

Attention ! Les résultats incluent l'acidité due à la présence du dioxyde de soufre.

3. Bibliographie :

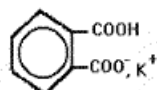
Recueil international des méthodes d'analyse des vins et des moûts, OIV, édition 2006, fiche MA-F-AS313-01-ACITOT.

Colette Navarre, L'oenologie, 4^e édition 1998, Tec & Doc.

<http://www.itv-midipyrenees.com/services-professionnels/methode-analyse/dosage-acidite-totale.php>

Document annexe 1. Etalonnage de solutions de NaOH (concentrations vers 0,05 à 0,2 mol/L) par pesées successives d'hydrogénophthalate de potassium pur cristallisé anhydre

L'hydrogénophthalate de potassium est disponible pur (pureté >99,95%), anhydre et est utilisable comme étalon primaire.



Masse molaire 204,22 g
 Pureté > 99,95
 Si on représente la molécule sous la forme RCOOH, pK couple acide faible RCOOH/RCOO⁻ = 5,1

Pour l'étalonnage d'une solution de NaOH, l'hydrogénophthalate de potassium joue le rôle de monoacide faible.



A l'équivalence acido-basique, le bleu de thymol vire à la goutte près. Il en est de même pour la phénophtaléine à condition de travailler en milieu non carbonaté.

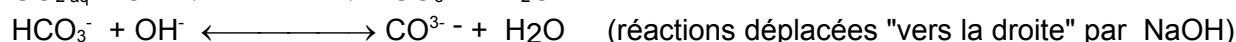
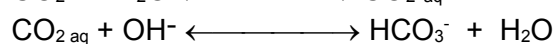
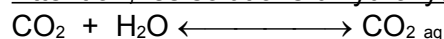
La zone de virage du bleu de thymol est pH 8,0 à 9,6. Ceci permet de justifier par un calcul simple l'indicateur puisque l'équivalence aura lieu à un pH qui correspondra à celui d'une solution de base faible RCOO⁻ de concentration voisine de 10⁻² mol/L dans des conditions habituelles d'étalonnage en flacon ErlenMeyer. Soit pH d'équivalence vers 1/2(14+5,1-2)=8,5.

La pesée est mise en solution dans environ 50 mL d'eau distillée. L'étalonnage est réalisé à l'aide d'une burette de 25 mL de façon à obtenir des chutes de burette vers 20 mL.

Répétabilité : s_r = 0,2%.

Incertitude (k=2, confiance 0,95) = 0,0006 mol/L, pour un résultat issu de la moyenne de 2 manipulations réalisées en conditions de répétabilité, sur le domaine de praticabilité proposé.

Attention, les solutions d'hydroxyde de sodium à l'air libre se carbonatent avec le temps ! :



Document Annexe 2. Indicateurs colorés usuels, zones de virage

<i>Indicateur</i>	<i>Teinte acide</i>	<i>Zone de virage</i>	<i>Teinte basique</i>
hélianthine	rouge	3,1 - 4,4	jaune
bleu de bromophénol	jaune	3,0 - 4,6	bleu
rouge de méthyle	rouge	4,2 - 6,2	jaune
bleu de bromothymol	jaune	6,0 - 7,6	bleu
phénolphtaléine	incolore	8,2 - 10,0	rose