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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 29 (1938)

Heft: 1-2

Artikel: Méthode simple de dosage de l'acide carbonique dans les vins

Autor: Benvegnin, L. / Capt, E. / Faes, H.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-983345

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 22.08.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Méthode simple de dosage de l'acide carbonique dans les vins.

Par L. BENVEGNIN, Chef de la Division de Chimie et Bactériologie,
et E. CAPT, Ingénieur-chimiste
à la Station fédérale d'essais viticoles et arboricoles, à Lausanne, Directeur: Dr. H. Faes.

Ayant eu l'occasion de doser l'acide carbonique dans des vins au cours de divers essais techniques en cave, nous avons constaté que les méthodes proposées à cet effet étaient peu nombreuses et de valeurs très inégales.

La méthode de *Langer* et *Schultze,* bien qu'assez satisfaisante lorsqu'il s'agit de déterminer avec une approximation peu rigoureuse des quantités élevées de CO_2, ne permet pas d'en doser des teneurs faibles avec une exactitude suffisante, des erreurs supérieures à 10% étant toujours à craindre. Le prélèvement du vin par aspiration dans le vide, notamment, peut prêter matière à quelques critiques. De plus, le déplacement complet du CO_2 est assez long.

Nous avons dû également renoncer à différents procédés volumétriques, applicables aux eaux gazeuses, mais fournissant dans le cas des vins des résultats peu concordants.

Parmi les méthodes gravimétriques, par contre, celles de *v. der Heide*[1]) et de *Babo* et *Mach*[2]) étaient à retenir. Mais nous avons cru devoir abandonner la première, malgré certains avantages, pour une raison d'ordre pratique; cette technique est en effet fondée sur l'emploi d'un réfrigérant de construction assez compliquée et d'un type exceptionnel peu répandu dans les laboratoires de contrôle. Aussi nous sommes-nous plus spécialement arrêtés à l'étude de la méthode de Babo et Mach, qui est une application aux vins de l'excellent procédé de *Fresenius*[3]) et *v. Classen*[4]).

Nous avons pu constater que, moyennant certaines précautions, la méthode en question fournissait des résultats très satisfaisants, et que sa précision était, pour le moins, égale à celle de la plupart des méthodes courantes de dosage des autres éléments du vin. Sans en avoir modifié le principe, nous pensons l'avoir améliorée en y apportant quelques modifications suggérées par l'expérience répétée, notamment le mode de prélèvement de l'échantillon (inspiré de v. der Heide) et la substitution de l'appareillage encombrant que constituent les trois tubes à chaux sodée par un absorbeur de Geissler plus maniable et — nous l'avons constaté — parfaitement adéquat.

---

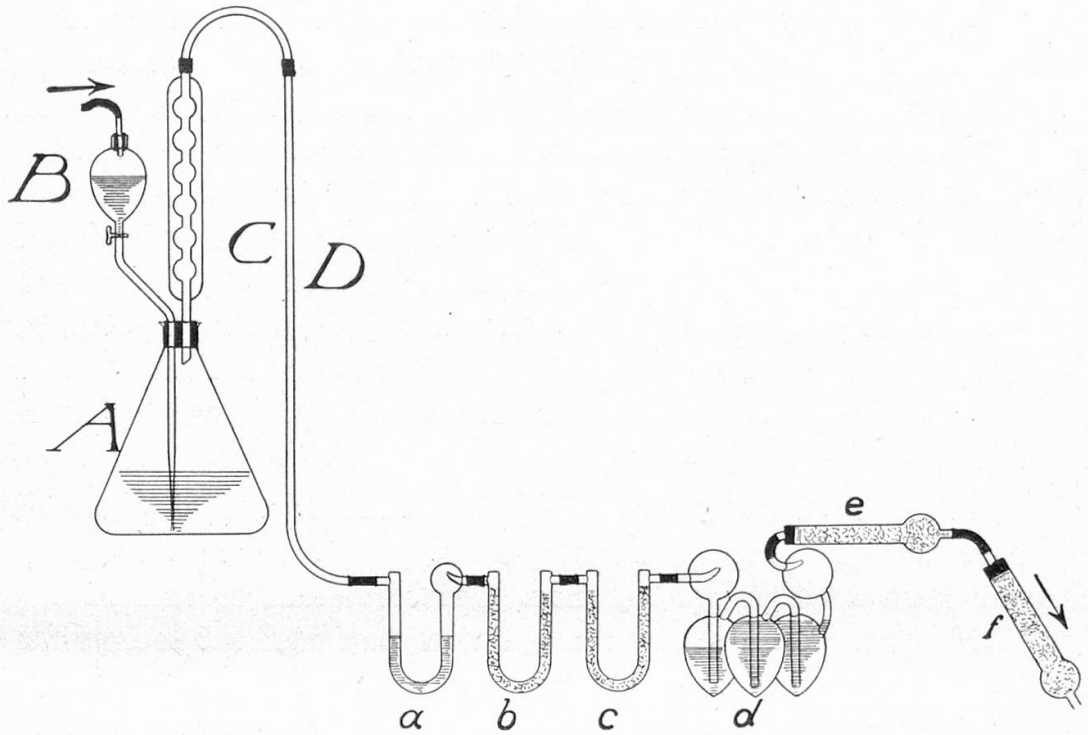
[1]) *v. der Heide,* Berichte Geisenheim (1910), p. 127; *v. der Heide* u. *Schmithenner,* «Der Wein» (Aufl. 1922), p. 327.

[2]) *Babo* et *Mach,* «Weinbau und Kellerwirtschaft», 3. Aufl., IV. Bd., p. 663. Voir aussi la modification de *Kulisch,* Landw. Jahrbücher 1890, **19**, p. 86.

[3]) *Fresenius,* Quantit. Anal. 6te Aufl., p. 449; *Treadwell,* Quantit. Anal. 2te Aufl., p. 258.

[4]) *v. Classen,* Grundriss der quant. Anal. 2te Aufl., p. 28.

Appliquée sur une large échelle, cette méthode nous a permis d'obtenir un certain nombre de résultats qui peuvent présenter un intérêt statistique, et dont le détail est consigné dans le tableau No. 3.



La figure ci-dessus schématise le montage utilisé. Elle nous paraît suffisamment explicite pour ne nécessiter qu'un commentaire succinct.

Dosage de CO_2 dans les vins.

Montage: Le vin à analyser est contenu dans un erlenmeyer *A* de 400 cm³ de capacité, fermé par un bouchon doublement percé. Par l'un des trous passe une ampoule à robinet de 25—30 cm³ (ampoule à décantation) dont le tube, effilé à son extrémité, arrive jusqu'au fond de l'erlenmeyer. On adapte au col de cette ampoule un tuyau de caoutchouc pour l'admission d'air préalablement débarrassé de CO_2 par passage au travers de flacons laveurs à potasse; on peut adopter pour ce faire 2 tubes de Liebig à boules contenant de la potasse à 30% en poids. Par le second trou passe un réfrigérant ascendant *C* à boules ou à serpentin. Ce réfrigérant communique à sa partie supérieure, par un tube *D*, avec un dispositif destiné à sécher l'acide carbonique, soit: un tube *a* contenant des perles ou de la laine de verre et de l'acide sulfurique concentré, et des tubes *b* et *c* contenant $CaCl_2$ anhydre. Un appareil de Geissler *d* et un tube à potasse sèche *e* constituent solidairement l'appareil à absorption. Enfin, un tube *f* est destiné à préserver l'appareil de la vapeur d'eau et du CO_2 extérieurs. Il contient du $CaCl_2$ dans la partie antérieure et de la chaux sodée dans la partie terminale. Cette dernière est finalement reliée à une trompe à eau.

Dosage: Refroidissez préalablement le vin à 0° C. en plongeant le flacon dans la glace. La température du vin sera facilement évaluée grâce à une bouteille témoin remplie d'eau et contenant un thermomètre. Ouvrez

alors la bouteille et remplacez immédiatement le bouchon enlevé par un bouchon de caoutchouc percé de deux trous; l'un des trous est traversé par un tube de verre court dépassant de peu la face inférieure du bouchon et prolongé d'autre part par un tuyau et une poire en caoutchouc; l'autre trou est traversé par une pipette de 100 cm^3 s'y adaptant exactement et dont l'extrémité pénètre jusqu'à environ 5 cm du fond de la bouteille. Comprimez l'air dans la poire de façon à faire monter le vin dans la pipette au-dessus du trait de jauge; sortez la pipette en l'essuyant extérieurement, et laissez redescendre le vin au trait. Introduisez, sans attendre, le vin ainsi mesuré dans un erlenmeyer de 400 cm^3 contenant 60 cm^3 d'eau de baryte saturée et limpide, en plongeant la pointe de la pipette dans le liquide. Fixez aussitôt l'erlenmeyer au réfrigérant comme l'indique la figure, le robinet de l'ampoule *B* étant ouvert et cette ampoule reliée aux flacons laveurs à potasse.

L'appareil de Geissler ayant été préalablement pesé et placé dans le circuit, aspirez à la trompe de façon que l'air pénètre dans tout le système à raison de 3 ou 4 bulles par seconde. Chauffez alors doucement durant 5 minutes, temps que l'on utilisera à régulariser parfaitement le courant d'air. Fermez le robinet de l'ampoule et introduisez-y 12 cm^3 d'acide chlorhydrique (1 + 3). Réajustez le tuyau de caoutchouc reliant l'ampoule aux laveurs à potasse et ouvrez à nouveau le robinet de telle sorte que l'acide s'écoule lentement et sans à-coups, tout en maintenant l'aspiration par la trompe. L'acide carbonique qui se dégage est séché par les tubes *a*, *b* et *c* et absorbé par l'appareil de Geissler contenant une solution de potasse à 30 % en poids. Maintenez la flamme et l'aspiration durant 1 heure, de façon que le liquide soit en constante mais faible ébullition. Ce temps écoulé, cessez le chauffage et laissez passer le courant d'air pendant 20 minutes encore. Pendant toutes ces opérations, on fait circuler l'eau froide dans le réfrigérant. Enlevez alors l'appareil de Geissler et pesez-le de façon habituelle.

Une expérience à blanc, dans laquelle le vin est remplacé par de l'eau préalablement bouillie et refroidie en l'absence de CO_2, permet de déterminer l'erreur en excès due à la présence d'acide carbonique dans l'erlenmeyer, le réfrigérant et les tubes desséchants au début des opérations et, cas échéant, l'erreur en défaut due à l'entraînement de vapeur d'eau hors de l'appareil de Geissler.

Tenu compte de ce facteur correctif (en général très faible), la différence de poids de l'appareil à absorption — y compris le tube à potasse anhydre — après et avant les opérations indique le poids de CO_2 dans 100 cm^3 de vin.

Remarques.

1° Le volume d'air atmosphérique non lavé existant dans l'erlenmeyer et dans tout l'appareil au début des opérations étant au total d'environ 500 cm^3, l'erreur provenant de l'introduction du CO_2 atmosphérique est

voisine de 0,3—0,5 mg et ne dépasse guère 1 mg dans un laboratoire suffisamment aéré. Cette erreur *en excès* est d'ailleurs — nous avons pu l'observer — du même ordre de grandeur que les *pertes* par entraînement de vapeur d'eau hors de l'appareil de Geissler, difficilement évitables malgré le tube à potasse anhydre. Il convient de dénoncer, à ce propos, l'effet nuisible d'un courant d'air trop rapide.

2° On utilisera de préférence un absorbeur de Geissler dont le tube à potasse est placé à la partie supérieure de l'appareil. Les modèles à tube à potasse placé dans le bas présentent un inconvénient: la potasse y devient facilement déliquescente, et une quantité appréciable de cet alcali peut être entraînée hors de l'appareil dans le tube protecteur.

Le remplissage de l'absorbeur s'effectue en enlevant le tube à potasse sèche et en le remplaçant par un tuyau de caoutchouc adapté à la trompe. On plonge l'autre extrémité dans de la lessive de potasse à 30% (30 g KOH + 70 cm^3 eau) et aspire par le tuyau de caoutchouc jusqu'à ce que deux des ampoules d'absorption soient remplies entièrement et que la troisième le soit à moitié. L'extrémité mouillée est alors nettoyée intérieurement et extérieurement et séchée au moyen de papier filtre. Il convient de renouveler la solution de potasse lorsque la moitié de celle-ci est combinée (transformation en K_2CO_3), ce que l'on constate facilement par l'augmentation de poids de l'appareil[5]).

3° La réaction de $CaCl_2$ étant souvent alcaline (présence de $Ca[OH]_2$), il convient de saturer cette substance par un courant de CO_2, puis de chasser l'excès de ce gaz par un courant d'air sec suivant la technique de *Treadwell*[6]).

4° On peut présenter quelques objections aux faits: 1° que le vin est mesuré à 0° C. et non à 15° C.; 2° que quelques bulles de gaz adhèrent parfois à la pipette lorsque le vin est écoulé.

Certaines précautions permettent d'éliminer ces causes d'erreur, d'ailleurs de sens contraire. Sitôt les 100 cm^3 de vin mesurés, puis portés dans la baryte, on en prélève en outre 50 cm^3 que l'on introduit dans un pycnomètre de capacité un peu supérieure à ce volume, bouche soigneusement, porte la température à 15° C. en agitant légèrement l'appareil et pèse. Soit *a* le poids trouvé (correspondant à 50 cm^3 de vin à 0° C.). Ensuite, on détermine le poids spécifique du vin à 15° C. Soit *b* ce poids spécifique. Le volume à 15° C. de 100 cm^3 mesurés à 0° est de $x = \frac{2a}{b}$ cm^3.

Quant aux bulles de gaz éventuellement adhérentes à la pipette, on les recueille dans l'erlenmeyer par un rinçage rapide au moyen d'eau bouillie. On déterminera d'autre part l'erreur en excès ainsi commise en mesurant

---

5) Les deux ouvertures de l'appareil sont munies, dans l'intervalle des opérations, de deux chapeaux constitués par des tubes de caoutchouc de 3 cm de longueur, fermés à une extrémité par un fragment de baguette de verre. Il va sans dire que, pendant la pesée, ces chapeaux sont enlevés.

6) Quant. Anal. 2te Aufl., p. 258.

au moyen de cette même pipette une solution de titre connu, de l'acide $\frac{n}{10}$ par exemple, avec et sans rinçage, et en titrant dans les deux cas par un alcali $\frac{n}{10}$. La différence entre les deux dosages permet de calculer l'excès de vin introduit par rinçage[7]).

Il convient de signaler que dans la pratique courante ces précautions ne sont pas nécessaires. Nous avons pu constater que l'erreur commise en les négligeant est largement inférieure à la différence des teneurs en CO_2 constatées en dosant ce gaz dans deux bouteilles d'un même vin.

Vérifications de la méthode.

1° Nous nous sommes tout d'abord assurés que le dispositif ci-dessus permettait d'absorber complètement l'acide carbonique du vin. A cet effet, nous avons placé entre l'appareil de Geissler et la trompe un tube contenant de l'eau de baryte. En opérant dans les conditions indiquées, nous n'observions aucun trouble dans cette dernière.

2° On pouvait craindre d'autre part un entraînement de vapeur d'eau hors de l'appareil de Geissler. Pour évaluer la perte possible, le vin était remplacé par de l'eau bouillie. Substituant dans le montage un simple tube de verre à l'appareil de Geissler, on vidait soigneusement tout l'appareil du CO_2 présent au moyen d'air lavé par KOH. On replaçait ensuite l'appareil de Geissler préalablement pesé, puis chauffait tout en aspirant par la trompe. Les résultats furent les suivants:

Durée du chauffage	Poids avant chauffage	Poids après chauffage	Différence
2 heures	64,8436 g	64,8456 g	+ 0,0020 g
2 heures	64,8458 g	64,8482 g	+ 0,0024 g
2 heures 1/2	64,8480 g	64,8469 g	— 0,0011 g
2 heures 1/2	64,8467 g	64,8457 g	— 0,0010 g

La légère augmentation de poids dans les deux premières expériences peut provenir d'acide carbonique accidentellement introduit par les joints, ou d'un séchage insuffisant du courant d'air. On constate par ailleurs, après 2 heures $^1/_2$ de chauffage, un entraînement d'eau insignifiant, soit 1 mg.

La méthode fut ensuite expérimentée avec une solution de Na_2CO_3 $\frac{n}{5}$ (100 cm³ = 0,44 g CO_2). Nous opérâmes avec 2 Geissler successifs, le premier étant rapidement remplacé par le second après 1 heure de chauffage, et ce dernier poussé encore $^1/_2$ heure.

	1er Geissler	2me Geissler	Total
Essai I .	0,4390	0,0012	0,4402
Essai II .	0,4396	0,0010	0,4406

Pratiquement, un seul absorbeur de Geissler est donc suffisant.

[7]) Il serait encore plus simple d'utiliser une pipette jaugée au remplissage, laquelle, après rinçage, donnerait exactement 100 cm³ de vin.

3° Il est assez difficile de faire des dosages comparatifs sur un même vin. En effet, on ne peut effectuer qu'une prise d'échantillon par bouteille. D'autre part, lorsqu'on dispose de plusieurs bouteilles du même produit, on constate en général des teneurs en CO_2 différant sensiblement d'un échantillon à l'autre. Ces différences proviennent des pertes inégales de gaz lors de la mise en bouteilles[8]).

Pour lever cette difficulté, nous avons procédé nous-mêmes à une mise en bouteilles en prenant des précautions minutieuses afin d'éviter toute source d'incertitude. Les résultats du dosage de CO_2 dans ces vins sont consignés dans le tableau 1:

Tableau 1.

Vin de Pully 1931.

Capacité de la bouteille et mode de bouchage		3 dl Bouchon couronne	5 dl Bouchon couronne	1 *l* Bouchon couronne	7 dl (vaudoise) Bouchon ordinaire
Teneur en Co_2 en g par *l*, déterminée après 1 année de stockage	bout. 1	1,20 6	1,21 6	1,22 3	1,22 2
	» 2	1,21 4	1,21 5	—	1,22 4
Teneur en CO_2 en g par *l*, déterminée après 2 ans de stockage	bout. 1	—	—	1,21 3	1,20 9
	» 2	—	—	1,20 9	1,21 0

Tableau 2.

Vin d'Aigle 1931.

Capacité de la bouteille et mode de bouchage		3 dl Bouchon couronne	5 dl Bouchon couronne	1 *l* Bouchon couronne	7 dl (vaudoise) Bouchon ordinaire
Teneur en CO_2 en g par *l*, déterminée après 1 année de stockage	bout. 1	1,44 0	1,46 1	1,49 4	1,49 2
	» 2	1,45 9	—	—	1,47 4
Teneur en Co_2 en g par *l*, déterminée après 2 ans de stockage	bout. 1	—	—	1,47 0	1,46 5
	» 2	—	—	1,46 0	1,46 4

Il convenait enfin de s'assurer que pour des teneurs élevées, la durée de l'opération indiquée dans notre méthode était suffisante. A cet effet, nous utilisâmes le vin de Pully 1931. A l'eau de baryte contenue dans l'erlenmeyer, nous ajoutions avant toute opération 0,7890 g Na_2CO_3 (correspondant à 0,3275 g CO_2). Le vin était prélevé comme d'ordinaire — chaque fois dans une bouteille non encore ouverte — et introduit dans le mélange eau de baryte + Na_2CO_3. La suite des opérations se poursuivait comme indiqué dans la méthode.

[8]) Le vin est une solution de CO_2 sursaturée à la pression atmosphérique.

La dose de CO_2 contenue dans le vin se trouvait être ainsi de 1,22 + 3,28 = 4,50 g par litre. Cette teneur, empressons-nous de le dire, dépasse largement celle des vins saturés en acide carbonique à la pression normale, laquelle est voisine de 1 *l*, soit environ 2 g de gaz par litre de vin. Les quantités trouvées furent, après des temps de chauffage différents, de:

Temps de chauffage	Teneurs trouvées en g par *l*
1/2 heure	4,37
3/4 »	4,39
1 heure 1/4	4,52

Une durée de chauffage de 1 heure 1/2 est donc largement suffisante en ce qui concerne les vins ordinaires.

La méthode ci-dessus décrite nous a permis d'obtenir les résultats figurant dans le tableau 3.

Tableau 3.

Teneur en acide carbonique de vins courants.

	Alcool en vol. %	CO_2 en g par *l*
Pully 1930	10,75	1,40
» 1931 N° I	10,92	1,22
» » N° II	11,14	0,77
» 1932 N° I	10,45	2,23
» » N° II	10,30	1,26
» » N° III	9,10	1,37
» 1933	10,61	1,53
» 1935	10,30	1,84
Villeneuve 1930 N° I . . .	9,57	0,37
» » N° II . . .	10,88	1,15
» » N° III . . .	10,56	0,82
Aigle 1930	10,17	0,51
Villeneuve 1931	11,86	0,67
Aigle 1931 N° I	12,50	0,74
» » N° II	12,41	1,46
Rouge-mélange 1931 . . .	11,64	1,62
Riesling × Sylvaner	15,07	1,22
La Côte 1929 N° I	10,26	1,08
» » N° II	10,13	1,11
La Côte 1930 N° I	10,26	1,49
» » N° II	10,75	1,89
La Côte 1931 N° I	10,48	1,62
» » N° II	10,61	1,54
» » N° III	10,79	1,61
La Côte 1932 N° I . . . , .	10,96	2,15
» » N° II	10,96	1,26
» » N° IV	11,30	1,91
» » N° V	9,52	0,84
Fendant valaisan 1932 . . .	10,96	0,66
Moyennes arithmétiques	10,87	1,29

Résumé.

Nous avons décrit une méthode simple de dosage de l'acide carbonique des vins courants. Au moyen d'un appareillage rudimentaire, on peut obtenir sans difficulté des résultats pratiquement très satisfaisants et dont la précision est pour le moins égale à celle de la majorité des méthodes de dosage des autres éléments du vin.

Appliquée systématiquement à un grand nombre de vins de nos vignobles, cette méthode nous a permis d'obtenir une série de résultats qui peuvent offrir un intérêt statistique. Nous avons constaté des teneurs en CO_2 comprises entre 0,37 et 2,23 g par *l*.

Dosage rapide de minimes quantités de fer dans les moûts, vins et cidres.

Par E. CAPT, ingénieur-chimiste
à la Station fédérale d'essais viticoles et arboricoles, à Lausanne.
Directeur: Dr. H. Faes.
Chef de la Division de Chimie et Bactériologie: L. Benvegnin.

Nous avons fréquemment été appelé à déterminer avec une grande exactitude les quantités de fer contenues dans des moûts et des vins, ainsi que dans certains sous-produits de la vinification.

Rapides, faciles à exécuter même par un personnel n'ayant qu'une instruction chimique très limitée, les dosages colorimétriques en vigueur dans la plupart des laboratoires d'œnologie peuvent sans doute rendre de réels services, notamment en ce qui concerne le diagnostic extemporané de la casse blanche.

Toutefois, la vérification minutieuse de ces procédés permet de constater que leur précision laisse trop souvent à désirer: des applications scrupuleuses à des vins provenant de moûts normaux convenablement vinifiés nous ont maintes fois révélé des erreurs relatives s'élevant à 20—25%.

Par ailleurs, en consultant méthodiquement l'abondante littérature publiée à ce sujet, on acquiert la conviction que le problème de la détermination colorimétrique rigoureuse de traces de fer dans les vins est loin d'être définitivement résolu.

Les objections portent tantôt sur l'incertitude inhérente à toute appréciation colorimétrique, tantôt sur l'instabilité des composés colorés obtenus, sur la variation de l'intensité de la coloration avec le temps, la concentration des réactifs et l'acidité, sur les perturbations apportées par la présence de certaines substances étrangères, aussi bien que sur la difficulté — bien connue de tous les chimistes analystes — d'improviser des étalons de tonalité comparable à celle des échantillons à examiner.

De nombreux manuels d'œnologie renvoient le praticien désireux d'obtenir des résultats plus rigoureux aux traités classiques de chimie analytique. Nous avons pu nous assurer que l'extension des méthodes générales