
**Bouchons en liège — Dosage du
2, 4, 6-trichloroanisole (TCA) relargable**

*Cork stoppers — Determination of releasable 2, 4, 6-trichloroanisole
(TCA)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 20752:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-20e82c7698d3/iso-20752-2007)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-
20e82c7698d3/iso-20752-2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-20e82c7698d3/iso-20752-2007)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 20752:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-20e82c7698d3/iso-20752-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-20e82c7698d3/iso-20752-2007>

© ISO 2007

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Symboles et termes abrégés	1
5 Principe	2
6 Réactifs	2
7 Appareillage	2
8 Échantillonnage	3
9 Mode opératoire	3
10 Expression des résultats	4
11 Rapport d'essai	5
Bibliographie	6

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20752:2007
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-20e82c7698d3/iso-20752-2007>

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 20752 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 87, *Liège*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20752:2007
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-20e82c7698d3/iso-20752-2007>

Introduction

La présente méthode vise à simuler les phénomènes de migration susceptibles de se produire lorsque les bouchons de liège sont placés sur des bouteilles de vin.

Elle consiste en la détermination de la teneur en 2,4,6-trichloroanisole (TCA) relargable en s'appuyant sur l'existence d'un équilibre entre la matrice solide (liège) et la matrice liquide (simulant hydro-alcoolique), après une période de macération en solution hydro-alcoolique d'un échantillon de bouchons de liège.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 20752:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-20e82c7698d3/iso-20752-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-20e82c7698d3/iso-20752-2007>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20752:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-20e82c7698d3/iso-20752-2007>

Bouchons en liège — Dosage du 2, 4, 6-trichloroanisole (TCA) relargable

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour déterminer le 2,4,6-trichloroanisole (TCA) relargable des bouchons de liège.

La présente Norme internationale est applicable à tous les types de bouchons de liège.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 633¹⁾, *Liège —Vocabulaire*

3 Termes et définitions

ISO 20752:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-10183-80003/defini-3067>

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 633, ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

simulant

solution destinée à simuler le vin

3.2

étalon interne

composant de concentration connue, qui est additionné à un échantillon pour faciliter l'identification qualitative et/ou la détermination quantitative des composants de l'échantillon

4 Symboles et termes abrégés

GC/ECD	Chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à capture d'électrons
GC/MS	Chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse
SPME	Micro-extraction en phase solide
TCA	2,4,6-Trichloroanisole

1) En cours de révision.

5 Principe

Cette méthode repose sur la détermination du 2,4,6-trichloroanisole (TCA) relargable après macération des bouchons en liège dans un simulant de vin, suivie par une micro-extraction en phase solide puis la détection et la quantification de ce composé par GC/MS ou GC/ECD.

6 Réactifs

Sauf indications contraires, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée.

- 6.1 **Solution hydro-alcoolique**, à 12 % (fraction volumique).
- 6.2 **Éthanol absolu**.
- 6.3 **Chlorure de sodium (NaCl)**.
- 6.4 **2,4,6-Trichloroanisole (TCA)-d₅**, pureté \geq 98 % (pour GC/MS).
- 6.5 **2,4,6-Trichloroanisole (TCA)**, pureté \geq 99 %.
- 6.6 **Étalon interne sélectionné**, pureté \geq 99 % (pour GC/ECD), du 2,3,6-TCA par exemple.

7 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Matériel courant pour usage en laboratoire et ce qui suit.

- 7.1 **Balance**, avec une résolution d'au moins 0,1 mg. ISO 20752:2007
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-20e82c7698d3/iso-20752-2007>
- 7.2 **Flacons de macération**, en verre, avec un bouchon en verre ou métallique ou en matériau qui ne fixe pas le TCA et avec une capacité adaptée à la taille de l'échantillon.
- 7.3 **Flacons en verre (vial)**, d'une capacité minimale de 10 ml (la quantité de solution doit occuper au moins 50 % de la capacité du vial), avec un septum de silicone/PTFE et un bouchon adapté.
- 7.4 **Fibre SPME**, polydiméthylsiloxane (PDMS) 100 μ m, avec support manuel ou support adapté pour l'opération automatique.
- 7.5 **Système de chauffage** du vial, régulé à une température de 35 °C.
- 7.6 **Système d'agitation automatique**, pour la SPME.
- 7.7 **Gaz approprié**, de pureté chromatographique.
- 7.8 **Chromatographe en phase gazeuse**, avec un détecteur de masse (MS) ou un détecteur à capture d'électrons (ECD).
- 7.9 **Colonne capillaire en silice fondue de faible polarité**.

EXEMPLE

Conditions opératoires: longueur 30 m; diamètre intérieur: 0,25 mm; épaisseur du film: 0,25 μ m; phase stationnaire: copolymère de diphenyle (5 %) et diméthylsiloxane (95 %).

8 Échantillonnage

La taille de l'échantillon à analyser fera l'objet d'un accord entre le client et le fournisseur.

9 Mode opératoire

9.1 Étalonnage

Utiliser la technique des ajouts dosés dans le simulant vin pour construire la gamme étalon pour le TCA. On peut utiliser pour cela les solutions d'étalonnage dans une gamme de 0,5 ng/l à 50 ng/l.

Réévaluer périodiquement la courbe de calibration ainsi obtenue; la réévaluer également lors de chaque changement majeur au niveau du GC/MS ou GC/ECD.

9.2 Préparation de l'échantillon

Mettre à macérer les bouchons «ras de bague» entiers pendant $24 \text{ h} \pm 2 \text{ h}$ à température ambiante, dans une quantité suffisante de simulant pour être entièrement recouverts.

Pour les bouchons à tête, couper la tête avant la macération.

EXEMPLE

50 bouchons de 45 mm × 24 mm dans un flacon de 2 l.

Pour les bouchons à vins effervescents, plonger seulement les disques de liège naturel et 1 cm d'aggloméré sans couper les bouchons.

[ISO 20752:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-20e82c7698d3/iso-20752-2007)

9.3 SPME

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c788f5-05c4-405a-8d29-20e82c7698d3/iso-20752-2007>

9.3.1 Prise d'essai

Prendre un volume de solution à analyser qui ne dépasse pas 50 % du volume du vial (7.3); par exemple 10 ml de solution à analyser pour un vial de 20 ml, de façon que la fibre ne touche pas le liquide. Saturer la prise d'essai avec environ 0,30 g/ml de chlorure de sodium (6.3).

Ajouter à la prise d'essai dans le vial la solution d'étalon interne dans 12 % éthanol/eau (fraction volumique) (6.1); le volume ajouté ne changera pas de façon significative la teneur en éthanol et le volume total du liquide.

EXEMPLE

Ajouter 100 µl de solution d'étalon interne pour un volume total de liquide de 10 ml.

La concentration de l'étalon interne doit être incluse dans la gamme de la courbe d'étalonnage et doit être le plus proche possible de la spécification.

9.3.2 Adsorption

Au moins 15 min dans l'espace de tête du vial sous agitation à une température de $35 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$.