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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 20752:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8169b232-6580-4540-b89f-dae920fe204a/iso-20752-2014)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8169b232-6580-4540-b89f-
dae920fe204a/iso-20752-2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8169b232-6580-4540-b89f-dae920fe204a/iso-20752-2014)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 20752:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8169b232-6580-4540-b89f-dae920fe204a/iso-20752-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8169b232-6580-4540-b89f-dae920fe204a/iso-20752-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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	1
6 Réactifs	2
7 Appareillage	2
8 Échantillonnage	2
9 Mode opératoire	3
9.1 Calibration.....	3
9.2 Préparation de l'échantillon.....	3
9.3 SPME.....	3
9.4 GC.....	4
9.5 Détection.....	4
9.6 Essai à blanc.....	4
10 Expression des résultats	5
11 Rapport d'essai	5
Bibliographie.....	6

ISO 20752:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8169b232-6580-4540-b89f-dae920fe204a/iso-20752-2014>

Avant-propos

L'ISO (Organization internationale de normalization) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalization (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 (IEC) en ce qui concerne la normalization électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant:

Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 87, *Liège*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (l'ISO 20752:2007), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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 ou de constituants liège de ces bouchons.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 20752:2014](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8169b232-6580-4540-b89f-dae920fe204a/iso-20752-2014>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20752:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8169b232-6580-4540-b89f-dae920fe204a/iso-20752-2014>

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la 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 et à leurs constituants liège.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 633, *Liège — Vocabulaire*

ISO 17727, *Liège — Bouchons de liège pour vins tranquilles — Plan d'échantillonnage pour le contrôle qualité des bouchons de liège*

3 Termes et définitions

ISO 20752:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8169b232-6580-4540-b89f-6a21e2040000/iso-20752-2014>

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 avec une 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

PDMS	polydiméthylsiloxane
GC/ECD	Chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture électronique
SPME	Micro extraction en phase solide
TCA	2,4,6-trichloroanisole

5 Principe

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

6 Réactifs

N'utilisez que des réactifs de qualité analytique.

6.1 Solution hydro alcoolique à 12 % (v/v) (simulant vin).

6.2 Ethanol avec une pureté minimale de 95 %.

6.3 Eau distillée.

6.4 Chlorure de sodium (NaCl) p.a.

6.5 Étalon interne, (GC-MS) 2,4,6-trichloroanisole (TCA) d₅, pureté ≥ 98 %, ou (GC/ECD) 2,3,6 - trichloroanisole, pureté ≥ 99 %.

6.6 2,4,6-Trichloroanisole (TCA), pureté ≥ 99 %.

7 Appareillage

Matériel courant pour usage en laboratoire et:

7.1 Balance avec une résolution d'au moins 0,1 mg.

7.2 Flacons de macération en verre avec un bouchon en verre, 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 minimum de 10 ml (la quantité de solution doit occuper au moins 50 % de la capacité du vial), avec un septum et un bouchon adaptés.

7.4 Fibre SPME.

EXEMPLE 100 µm PDMS.

7.5 Système de chauffage du vial ([7.3](#)), régulé à une température entre 30 °C et 50 °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 Longueur 30 m; diamètre intérieur: 0,25 mm; épaisseur du film: 0,25 µm; phase stationnaire: copolymère de diphényle (5 %) et diméthyl (95 %) polysiloxane.

8 Échantillonnage

La taille de l'échantillon à analyser sera en conformité avec la norme sur l'échantillonnage (ISO 17727) ou fera l'objet d'un accord entre le client et le fournisseur.

9 Mode opératoire

9.1 Calibration

La gamme étalon pour le TCA est construite en utilisant la méthode des ajouts dosés d'analyte dans le simulant vin. On peut utiliser pour cela les solutions d'étalonnage, dans une gamme qui devra être comprise entre 0,5 ng/L et 10 ng/L.

La courbe de calibration ainsi obtenue doit être réévaluée périodiquement et lors de chaque changement majeur au niveau du GC-MS ou GC/ECD.

9.2 Préparation de l'échantillon

Les bouchons ras de bague, sont mis à macérer entiers pendant (24 ± 2) h dans les conditions de température ambiante, dans la quantité suffisante de simulant pour être entièrement recouverts, puis analyser le macérat.

EXEMPLE 1 20 bouchons (45×24) mm, dans un flacon de 1 L.

EXEMPLE 2 50 bouchons, (45×24) mm, dans un flacon de 2 L.

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

Pour le granulé de liège, faire macérer 40 grammes de granulé dans un flacon de 2 L, dans la quantité suffisante de simulant pour être entièrement recouverts, pendant (24 ± 2) h dans les conditions de température ambiante, puis analyser le macérat.

Pour les rondelles en liège, faire macérer 20 rondelles dans un flacon de 0,5 L, dans la quantité suffisante de simulant pour être entièrement recouverts, pendant (24 ± 2) h dans les conditions de température ambiante, puis analyser le macérat.

Pour les bouchons à vins effervescents, immerger dans le simulant seulement les disques plus 1 cm d'aggloméré sans couper les bouchons, pendant (24 ± 2) h dans les conditions de température ambiante, puis analyser le macérat.

9.3 SPME

9.3.1 Prise d'essai

Prendre un volume de solution à analyser qui ne dépasse pas 50 % du volume du vial (7.3).

EXEMPLE 1 Pour un vial (7.3) de 20 mL, prendre 10 mL, de façon que la fibre ne touche pas le liquide.

La prise d'essai doit être saturée avec du NaCl, (environ 0,30 g/mL).

La solution d'étalon interne à 12 %, v/v, éthanol/eau, est additionnée à la prise d'essai dans le vial de façon à ajouter un volume non significatif qui ne changera pas la teneur en éthanol et le volume total du liquide.

EXEMPLE 2 100 μ L d'étalon interne/10 mL du liquide total.

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

9.3.2 Adsorption

Adapter le temps et la température dans l'espace de tête du vial, en fonction du type de fibre utilisée.

EXEMPLE Fibre PDMS 100 μ m, 15 min dans l'espace de tête, sous agitation à une température de $35 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$