RÉSOLUTION OIV-OENO 624-2022

ACTUALISATION DE LA MONOGRAPHIE DES TANNINS ŒNOLOGIQUES

AVERTISSEMENT : Cette résolution abroge les résolutions suivantes : OENO 12/2002, OENO 5/2008, OENO 6/2008, OIV/OENO 352/2009, OIV-OENO 574-2017 et OIV-OENO 554-2015

L'ASSEMBLÉE GÉNÉRALE,

CONSIDÉRANT l'article 2, paragraphe 2 iv de l'Accord daté du 3 avril 2001 portant création de l'Organisation internationale de la vigne et du vin,

CONSIDÉRANT les travaux du Groupe d'experts « Spécifications des produits œnologiques »,

DÉCIDE, sur proposition de la Commission II « Œnologie », de remplacer la monographie COEI-1-TANINS du Codex œnologique international par la suivante :

TANINS ŒNOLOGIQUES

1. Généralités

Les tanins œnologiques contiennent des polyphénols. Leur structure complexe est généralement formée d'une grande variété d'unités monomériques liées entre elles de manière covalente.

Ce sont des tanins provenant de différentes parties d'espèces végétales et extraits à l'aide de solvants autorisés par la réglementation en vigueur.□Ils sont divisés en deux classes selon la nature des unités monomériques qui les caractérisent : les tanins hydrolysables et les tanins condensés ou les *tanins proanthocyanidiques*. Outre ces deux classes de tanins, chacune des unités monomériques (par ex., monomères flavan-3-ols, acide gallique, acide ellagique, etc.) peut également être présente dans les préparations de tanins.

Les tanins hydrolysables forment une classe hétérogène qui est réparti en 2 sous-classes :

les gallotanins ou tanins galliques, qui consistent en une unité glucose ou une unité acide quinique estérifié avec une ou plusieurs molécules d'acide gallique ou de ses

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

depsides ;

les ellagitanins ou tanins ellagiques, qui consistent en une ou plusieurs unité(s) glucose estérifiée(s) avec une ou plusieurs molécules d'acide ellagique ou similaires. D'autre part, la ou les unité(s) de type osidique peut (vent) être estérifiée(s) avec de l'acide gallique et/ou ses depsides.

La structure des tanins hydrolysables varie en fonction du degré d'estérification et de polymérisation (1).

Les tanins condensés ou proanthocyanidiques (sous-classe des procyanidines et prodelfinidines et sous-classe des profisétinidines et prorobinetidines) sont constitués de polymères de flavan-3-ols. Les unités de flavan-3-ols peuvent différer du point de vue stéréochimique ainsi que par leur degré d'hydroxylation, et peuvent être présentes sous forme d'esters d'acide gallique. La grande variété d'unités monomériques, les diverses liaisons interflavanes et les différents degrés de polymérisation conduisent en un grand nombre de structures possibles de proanthocyanidines. Leur réactivité varie fortement en fonction de leur structure moléculaire.

Les tanins œnologiques se présentent exclusivement sous forme poudre, granules ou paillettes de couleur beige clair ou beige et rouge brique à marron foncé.

Ils peuvent être dissous dans une portion de moût ou de vin pour être incorporés au lot total de moût ou de vin.

2. Etiquetage

L'étiquetage des tanins œnologiques doit préciser :

- l'origine botanique (par exemple chêne, quebracho…),
- la classe à laquelle ils appartiennent (hydrolysables ou condensés),
- la sous-classe (par exemple gallotanins, prodelphinidines etc…),
- le numéro de lot et la date limite d'utilisation,
- la teneur minimale en polyphénols totaux conformément à la méthode décrite en annexe 1,
- les fonctionnalités technologiques,
- les différentes classes ou sous-classes et fonctionnalités technologiques associées en cas de préparations de tanins correspondant à un mélange de plusieurs classes

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

ou sous-classes de tanins,

- le dosage préconisé et les conditions d'utilisation,
- les conditions de conservation pour le maintien de leur stabilité,
- la présence possible de résidus potentiellement allergènes,
- l'indication que les tanins œnologiques ont été obtenus à partir de végétaux génétiquement modifiés, le cas échéant.

3. Tanins œnologiques admis

Les tanins œnologiques décrits au chapitre 1 et présentant des propriétés démontrées et mesurables ainsi qu'un intérêt technologique dûment prouvé dans la pratique et remplissant pleinement les conditions et les critères mentionnés ci-dessous, sont admis conformément aux fiches du Code des pratiques œnologiques.

Les tanins œnologiques utilisés ne doivent pas :

- libérer de substances dans des concentrations qui pourraient induire d'éventuels risques pour la santé,
- constituer une fraude résultant de l'addition d'arômes ou de colorants,
- être nuisible à la qualité des produits élaborés,
- conduire à une modification du profil organoleptique notoire des vins (aromatisation).

4. Fonctionnalités et propriétés de réactivité des tanins œnologiques

4.1. Réactivité

Les tanins sont susceptibles d'être impliqués dans de nombreuses voies réactionnelles dans le vin. La réactivité des tanins œnologiques est directement liée à la spécificité de leurs structures chimiques ; la réactivité dépend aussi des opérations techniques d'élaboration (techniques d'extraction, de concentration, de fractionnement, etc.) qui influencent la teneur en polyphénols (donc le degré de pureté) et la proportion des groupes fonctionnels libres . La nature du végétal détermine la ou les classe(s) de

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

tanins ou sous-classe(s) auxquelles ils appartiennent.

4.2. Propriétés et fonctionalités des tannins

Les fonctionnalités des tannins œnologiques sont directement liées à leurs propriétés. Les méthodes d'analyse mises en œuvre pour déterminer les fonctionnalités des tannins doivent correspondre à l'état de l'art et, si possible, être validées selon des standards internationaux appropriés.

Le tableau suivant liste les propriétés et les applications œnologiques dont certaines sont reconnues et d'autres qui devront être démontrées.

Propriétés Théoriques	Applications œnologiques possibles
Réactivité avec les protéines	Adjuvant de clarification
Réactivité à l'oxygène	Anti-oxydant
Chélation du fer	Réduction de la teneur en fer
Polymérisation	Stabilisation de la couleur
Formation de complexess	Stabilisation de la couleur
Activité Anti-laccase	Inhibition de l'activité des laccases
Action microbiologique	
Effet anti-bactérien	Stabilité microbiologique, réduction de l'utilisation du SO_2

Les propriétés et les applications œnologiques qui en découlent feront l'objet de monographies particulières par classe ou sous-classes de tanins, où seront précisées les méthodes de mesure.

4.3. Estimation de la teneur en polyphénols totaux

L'estimation de la teneur en polyphénols totaux des préparations de tanins œnologiques est mesurée par la méthode décrite en annexe 1.

La teneur en polyphénols totaux doit être supérieure ou égale à 65% et une

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

concentration maximale n'est pas requis.

5. Propriétés physiques

5.1. Matières insolubles

Placer en solution 5 g de tanin dans 100 mL d'eau bidistillée à température ambiante et agiter 15 min. Filtrer cette solution sur une membrane de 0,8 µm préalablement pesée. Évaporer et sécher la membrane à 100-105 °C. Peser la membrane. La teneur en matières insolubles ne doit pas être supérieure à 5 % w/w. La procédure décrite plus loin dans la méthode pour l'estimation de la teneur en polyphénols totaux (annexe 1, point 4.3) peut être utilisée comme alternative.

5.2. Perte à La dessiccation

Déterminée jusqu'à masse constante, sur une prise d'essai de 2 g, la perte de poids à l'étuve à 100-105 °C, pendant 2 heures, doit être inférieure à 10 %.

6. Teneurs maximales en contaminants

Les tanins œnologiques doivent être produits en accord avec les bonnes pratiques de fabrication. Selon l'origine du végétal mis en œuvre, certaines limites en contaminants comme les métaux lourds peuvent être différentes (par ex., la teneur en fer des tanins issus du châtaignier).

Toutes les limites fixées ci-dessous sont rapportées au produit sec

6.1. Pentachlorophénol

Procéder au dosage selon la méthode figurant dans le Recueil des méthodes internationales d'analyse des moûts et des vins. La teneur doit être inférieure à 1 µg /kg.

6.2. Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) totaux

Somme du benzo[a]pyrène, du benzo[a]anthracène, du benzo[b]fluoranthène et du chrysène.

Procéder au dosage selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. La teneur doit être inférieure à 30 mg/Kg

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

6.3. Benzo[a]pyrène

Procéder au dosage selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. La teneur doit être inférieure à 5 µg/Kg

6.4. Cendres

Incinérer progressivement, sans dépasser 550 °C, le résidu laissé dans la détermination de la perte à la dessiccation. Le poids de cendres doit être inférieur à 5 %. Une concentration plus élevée pourrait indiquer que l'extraction a été réalisée avec des solvants non autorisés.

6.5. Préparation de la solution pour essais

Reprendre les cendres issues de 2 g de tanin par 1 mL d'acide chlorhydrique dilué (R) et une goutte d'acide nitrique concentré (R). Chauffer sur un bain d'eau à 100 °C quelques instants pour préciser la dissolution. Transvaser dans une fiole jaugée de 50 mL en rinçant la capsule avec de l'eau distillée, et compléter au trait de jauge. La solution pour essais est prête à doser les éléments suivants.

6.6. Arsenic

Sur 0,25 g de tanin, rechercher l'arsenic par la méthode de spectrophotométrie d'absorption atomique décrite au Chapitre II du *Codex œnologique international* ou par ICP/MS selon la méthode décrite au recueil des méthodes d'analyses, après destruction de la matière organique par la méthode par voie humide.□La teneur en arsenic doit être inférieure à 3 mg/kg.

6.7. Fer

Sur la base de 10 mL de solution pour essais préparée selon 6.5, doser le fer par spectrométrie d'absorption atomique par la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international* ou par ICP/MS selon la méthode décrite au recueil des méthodes d'analyses

La teneur en fer doit être inférieure à 50 mg/kg, à l'exception de la teneur en fer des tanins issus du châtaignier qui doit être inférieure ou égale à 200 mg/kg.

6.8. Cuivre

Procéder au dosage selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international* ou par ICP/MS selon la méthode décrite au recueil des méthodes d'analyses. La teneur doit être inférieure à 5 mg/kg

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

6.9. Plomb

Procéder au dosage selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international* par ICP/MS selon la méthode décrite au recueil des méthodes d'analyses. La teneur doit être inférieure à 5 mg/kg.

6.10. Mercure

Procéder au dosage selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international par ICP/MS selon la méthode décrite au recueil des méthodes d'analyses. La teneur doit être inférieure à 0,5 mg/kg.

6.11. Cadmium

Procéder au dosage selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international par ICP/MS selon la méthode décrite au recueil des méthodes d'analyses. La teneur doit être inférieure à 0,5 mg/kg.

6.12. Salmonelles sp.

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. Absence contrôlée sur un échantillon de 25 g.

6.13. Coliformes totaux

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. La teneur doit être inférieure à 30 UFC/g de matière sèche.

6.14. Escherichia coli

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international.Absence contrôlée sur un échantillon de 25 g de matière sèche.

6.15. Moisissures

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. La teneur doit être inférieure à 100 UFC/g de matière sèche.

(1) Encyclopaedia health food Pub off 00683

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

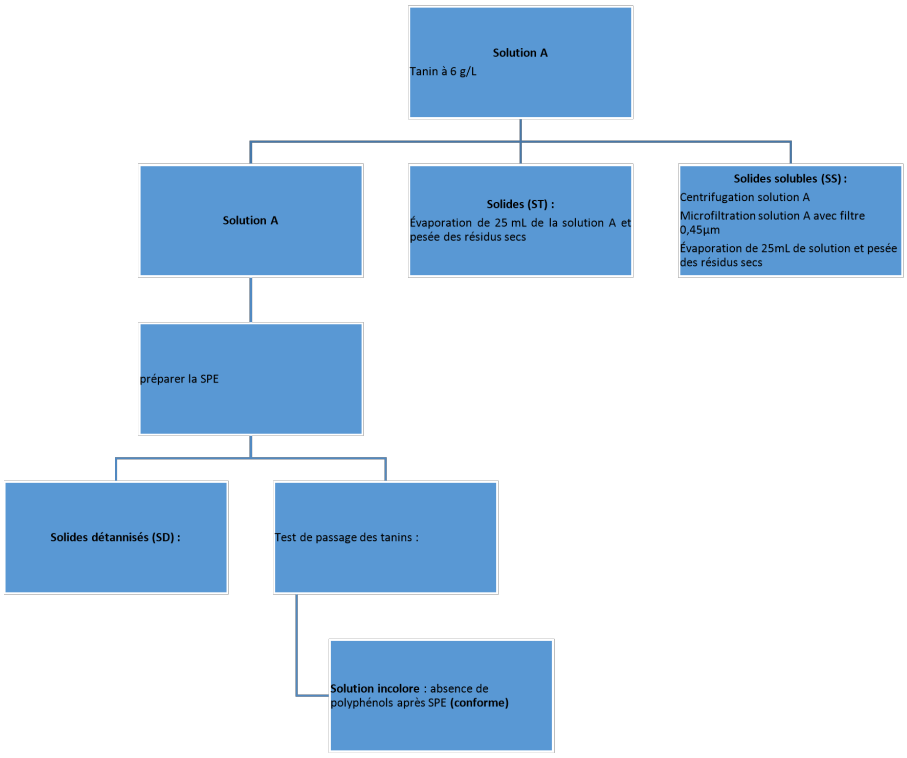
© OIV 2022

Annexe 1 Méthode pour l'estimation de la teneur en polyphénols totaux

1. Principe

Cette méthode est destinée à mesurer la concentration des préparations de tanins œnologiques en polyphénols ; elle se base sur une analyse gravimétrique réalisée par l'intermédiaire d'une extraction en phase solide ou SPE. Les tanins en solution aqueuse sont adsorbés sur un polymère contenu dans une colonne SPE, en l'occurrence de la polyvinylpolypyrrolidone capable de retenir les polyphénols. Les substances non retenues par la PVPP correspondent à des composés non phénoliques qui étaient présents dans l'échantillon d'origine.

Le diagramme complet de la méthode est présenté ci-dessous :



Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

2. Réactifs, matériel et appareillage

2.1. Réactif

2.1.1. PVPP (polyvinylpolypyrrolidone d'environ 100 µm, n° CAS 9003-39-8)

2.1.2. Solution aqueuse de $FeCl_3$ (1 g/L)

2.1.3. Eau bidistillée

2.1.4. Éthanol (20 % v/v)

2.2. Matériel

2.2.1. Coupelles en aluminium (70 mL)

2.2.2. Tubes jetables à fond conique avec bouchons (50 mL)

2.2.3. Colonnes SPE (réservoir 70 mL, 150 µ 29,75 mm)

2.2.4. Frittés pour colonne SPE (Diamètre 27 mm – 20 µm PE)

2.2.5. Fiole en Pyrex de 1000 mL

2.2.6. Éprouvettes de classe A de 50 mL

2.2.7. Filtre à membrane de 0,45 µm en acétate de cellulose, Ø 47 mm

2.2.8. Seringue en plastique de 50 mL

2.2.9. Pipettes graduées en verre (2 traits) de 25 mL de classe A

2.3. Appareillage

2.3.1. Bain thermostaté à 20 °C

2.3.2. Balance technique d'une précision de 0,01 g

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

2.3.3. Balance analytique d'une précision de 0,1 mg

2.3.4. Étuve thermostatée à 105 °C

2.3.5. Étuve thermostatée à 80 °C ou, à défaut, bain thermostatique

2.3.6. Centrifugeuse

2.3.7. Collecteur à vide

2.3.8. Verrerie volumétrique de classe A

2.3.9. Dessiccateur

3. Préparation des échantillons

La solution (ci-après, solution A) est utilisée pour mesurer les solides totaux (ST), les solides solubles (SS) et les solides détannisés (SD).

Peser environ 6 g de tanins sur la balance analytique et noter le poids. Dissoudre les tanins dans environ 950 mL d'eau bidistillée chaude (60□70 °C) dans une fiole en verre borosilicaté de 1 litre et bien agiter. Laisser reposer la fiole à température ambiante pendant 30 minutes. Refroidir la solution à 20□22 °C dans un bain thermostaté, compléter le volume avec de l'eau bidistillée et bien mélanger.

4. Mode opératoire

4.1. Mesure des solides totaux (ST)

Prélever et transférer 25 mL de solution A dans une coupelle en aluminium (2.2.1),

faire évaporer à siccité dans une étuve thermostatée à 80 °C,

transférer dans une étuve thermostatée à 105 °C afin de procéder au séchage jusqu'à obtention d'un poids constant, puis peser le résidu (faire refroidir la coupelle dans le dessiccateur avant la pesée).

La formule à appliquer pour le calcul des solides totaux (ST) est la suivante :

$$\%ST = \frac{résidus_secs\ ST(g)}{poids_tanins(g)} \cdot \frac{1000}{(mL)solA}.100$$

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

4.2. Mesure des solides solubles (SS)

Centrifuger la solution A à 10 000 g pendant 5 minutes,

microfiltrer la solution A centrifugée au travers d'un filtre à membrane afin d'obtenir une solution claire, puis laisser évaporer à siccité 25 mL de solution dans une étuve thermostatée à 80 °C,

transférer dans une étuve thermostatée à 105 °C afin de procéder au séchage jusqu'à obtention d'un poids constant, puis peser le résidu (faire refroidir la coupelle dans le dessiccateur avant la pesée).

La formule à appliquer pour le calcul des solides solubles (SS) est la suivante :

$$\%SS = \frac{résidus_secs\ SS(g)}{poids_tanins(g)} . \frac{1000}{(mL)solA} .100$$

4.3. Mesure des solides insolubles (SI)

Calculer la différence entre les solides totaux et les solides solubles :

$$\%SI = \%ST - \%SS$$

4.4. Mesure des solides détannisés (SD*)*

- Préparer les colonnes SPE : introduire le premier fritté, 7,0 $\pm$ 0,1 g de PVPP préalablement réhydraté avec une solution hydroalcoolique à 20 % pendant 15 minutes, ainsi que le second fritté, puis bien tasser la phase stationnaire,
- placer la colonne SPE dans le collecteur à vide (exemple en figure 1),
- conditionner la colonne avec trois rinçages (ne pas sécher la PVPP et appliquer un vide d'environ 0,2 bar afin d'éviter le compactage du polymère) : un premier rinçage avec 50 mL d'éthanol (20 % v/v), un deuxième rinçage avec 50 mL d'eau bidistillée, et un troisième rinçage avec 20 mL de solution A afin d'éliminer les résidus d'eau de la PVPP,
- ajouter 30 mL de solution A dans la colonne et recueillir les 30 mL d'éluat (SD, solides détannisés) dans un tube à fond conique Falcon de 50 mL, interrompre

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

l'élution lorsque le liquide atteint le niveau du fritté supérieur,

- prélever 25 mL d'éluat et les transférer dans une coupelle en aluminium,
- laisser évaporer à siccité dans une étuve thermostatée à 80 °C,
- transférer dans une étuve thermostatée à 105 °C afin de procéder au séchage jusqu'à obtention d'un poids constant, puis peser le résidu (faire refroidir la coupelle dans le dessiccateur avant la pesée).

La formule à appliquer pour le calcul des solides détannisés (SD) est la suivante :

$$\%SD = \frac{résidus_secs\ SD - BC(g)}{poids_tanins(g)} \cdot \frac{1000}{(mL)solA} .100$$

où *BC* est la valeur de blanc mesurée après SPE (voir 4.5).

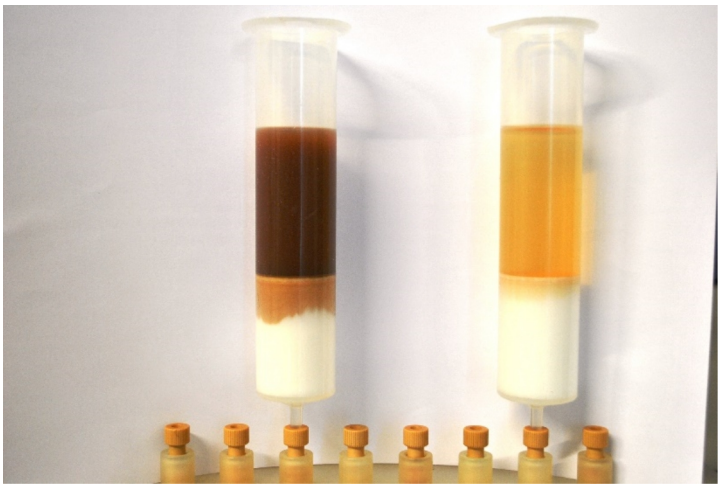


Figure 1 □ Exemple d'extraction SPE

Afin de garantir l'absence de polyphénols dans l'éluat après passage dans la colonne, additionner 3 gouttes d'une solution aqueuse de $FeCl_3$ dans 3 mL de solides détannisés (SD) en solution. Si la solution développe une teinte bleue-noire, cela signifie que des polyphénols sont passés au travers du polymère ; il convient alors de répéter l'analyse en réduisant la quantité de produit initiale. Si la solution se maintient incolore après ce traitement, procéder à l'analyse gravimétrique.

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

4.5. Mesure du blanc (BC)

Un essai à blanc doit être effectué avant de réaliser l'élution SPE, et cela afin d'évaluer toute interférence causée par le processus analytique. Procéder de la manière suivante :

- préparer les colonnes SPE : introduire le premier fritté, 7,0 ± 0,1 g de PVPP préalablement réhydraté avec une solution hydroalcoolique à 20 % pendant 15 minutes, ainsi que le second fritté, puis bien tasser,
- placer la colonne SPE dans le collecteur à vide (exemple en figure 1),
- conditionner la colonne avec deux rinçages (ne pas sécher le PVPP et appliquer un vide d'environ 0,2 bar afin d'éviter le compactage du polymère) : un premier rinçage avec 50 mL d'éthanol (20 % v/v) et un second rinçage avec 70 mL d'eau bidistillée,
- ajouter 30 mL d'eau bidistillée dans la colonne et recueillir les 30 mL d'éluat (blanc pour solides détannisés) dans un tube à fond conique Falcon de 50 mL, interrompre l'élution lorsque le liquide atteint le niveau du fritté supérieur,
- prélever 25 mL d'éluat et les transférer dans une coupelle en aluminium, puis laisser évaporer à siccité dans une étuve thermostatée à 80 °C,
- transférer dans une étuve thermostatée à 105 °C afin de procéder au séchage jusqu'à obtention d'un poids constant, puis peser les résidus (faire refroidir les coupelles dans le dessiccateur avant la pesée).

5. Expression des résultats

Mesure du pourcentage de polyphénols totaux (%polyphénols) :
La formule à appliquer pour le calcul du pourcentage est la suivante :

$$\%\text{polyphénols} = \frac{\%SS - \%SD}{\%ST}.100$$

Détermination de l'adéquation de la PVPP : se référer à OENO 11-2002 ▫ COEI-1-PVPP : 2007, § 6.

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022