RÉSOLUTION OIV-OENO 690-2023

MONOGRAPHIE SUR L'ACIDE FUMARIQUE

L'ASSEMBLÉE GÉNÉRALE,

VU l'article 2, paragraphe 2 iv de l'Accord 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 », d'ajouter la monographie COEI-1-FUMARI au chapitre I du Codex œnologique international, comme suit :

Monographie sur l'acide fumarique

ACIDE FUMARIQUE

acide trans-butènedioïque

acide trans-1,2-éthylène-dicarboxylique

COOH-CH=CHCOOH

C4H4O4 = 116,07

N° CAS : 110-17-8

N° SIN : 297

1. OBJET, ORIGINE ET DOMAINE D'APPLICATION

L'acide fumarique est produit naturellement chez les organismes eucaryotes par l'enzyme succinate-déshydrogénase à partir de succinate dans le complexe II de la chaîne de transport d'électrons, impliqué dans la production d'ATP. Le produit de qualité alimentaire peut être obtenu par synthèse chimique ou par bio synthèse. Il est employé pour contrôler la fermentation malolactique dans les vins, dans les conditions stipulées par la réglementation.

La production par synthèse chimique est la plus courante : il s'agit de l'isomérisation de l'acide maléique obtenu à partir de l'hydrolyse de l'anhydride maléique, produit à partir de l'oxydation du butane ou du benzène. La production par biosynthèse, plus durable, devrait se développer rapidement. Elle met en œuvre la fermentation, par notamment Rhizopus oryzae, de résidus agro-alimentaires (par ex., issus de pommes).

L'acide fumarique est préparé en solution dans un volume de vin avant son

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

incorporation.

2. ÉTIQUETAGE

L'étiquette doit indiquer clairement que le produit est de l'ACIDE FUMARIQUE. Elle doit indiquer le numéro de lot, la date d'expiration, le taux de pureté en pourcentage (supérieur à 99 %) et les exigences de conservation et de sécurité.

3. CARACTÈRES

L'acide fumarique se présente sous forme de cristaux incolores blancs, parfois aciculaires, en prismes monocliniques ou en feuillets sous l'effet de l'eau, ou encore de poudre cristalline ou de granules. Il est inodore, sa saveur est acidulée et fruitée.

Le point de fusion est de 287 °C. L'intervalle de fusion est de 286 à 302 °C (tube capillaire fermé, chauffage rapide).

4. SOLUBILITÉ

Solubilité faible dans l'eau : - 6,3 g/L dans eau à 25 °C ;

- Solubilité bonne dans l'alcool : 98 g/100 g d'alcool à 95%vol. à 30°C ;
- Insoluble dans le chloroforme et le benzène ;
- Légèrement soluble dans les corps gras

5. CARACTÈRES D'IDENTITÉ

5.1. Acide 1,2-dicarboxylique

Placer 50 mg de l'échantillon dans un tube à essai, ajouter 2 à 3 mg de résorcinol et 1 mL d'acide sulfurique, agiter, chauffer à 130 °C pendant 5 min et laisser refroidir. Diluer dans de l'eau en complétant à 5 mL et ajouter goutte à goutte une solution d'hydroxyde de sodium (40 % m/m) afin de rendre la solution alcaline. Laisser refroidir puis diluer dans de l'eau en complétant à 10 mL. Une fluorescence bleu verdâtre est observée sous une lampe à ultraviolets.

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

5.2. Test de la présence de la double liaison

Ajouter 10 mL d'eau à 0,5 g d'échantillon puis dissoudre en portant à ébullition. Ajouter 2 ou 3 gouttes d'eau de brome à la solution encore chaude. La couleur de l'eau de brome disparaît.

6. ESSAIS

6.1. Préparation de la solution d'essai

Pour les essais de pureté, dissoudre 0,5% m/v d'acide fumarique dans une solution hydro-alcoolique à 10 %

6.2. Perte à la dessiccation

La perte après séchage à 120 °C pendant 4 heures ne doit pas être supérieure à 0,5 %.

6.3. Cendres sulfuriques

La teneur en cendres sulfuriques ne devrait pas être supérieure à 0,1 %. Réaliser l'essai sur 2 g d'échantillon. Calciner un creuset adéquat à 600 °C pendant 30 minutes, laisser refroidir dans un dessiccateur et procéder à sa pesée. Placer 2 g d'échantillon dans le creuset et peser. Humidifier l'échantillon avec une petite quantité d'acide sulfurique (habituellement 1 mL) et chauffer doucement à basse température jusqu'à carbonisation complète de l'échantillon. Après refroidissement, humidifier le résidu avec une petite quantité d'acide sulfurique, chauffer doucement jusqu'à ce que les émanations de vapeur blanche cessent et calciner à 600 °C jusqu'à incinération complète du résidu. Laisser le creuset refroidir dans un dessiccateur, procéder de nouveau à sa pesée et calculer la masse du résidu.

6.4. Acide malique

Sur la solution préparée pour essai (6.1), procéder au dosage de l'acide malique selon la méthode OIV-MA-AS313-04 du Recueil. La teneur en acide malique ne doit pas être supérieure à 0,1 %.

6.5. Chlorures

Sur la solution préparée pour essai (6.1), procéder au dosage des chlorures par potentiométrie en utilisant une électrode Ag/AgCl selon la méthode OIV-MA-AS321-02 du Recueil. La teneur en chlorures, exprimée en acide chlorhydrique, doit

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

être inférieure à 1 g/kg.

6.6. Sulfates

Sur la solution préparée pour essai (6.1), procéder au dosage des sulfates selon la méthode OIV-MA-AS321-05A du Recueil. La teneur en sulfates, exprimée en acide sulfurique, doit être inférieure à 1 g/kg.

6.7. Fer

Sur la solution préparée pour essai (6.1), procéder au dosage du fer selon la méthode OIV-MA-AS323-07 du Recueil. La teneur en fer doit être inférieure à 10 mg/kg.

6.8. Métaux lourds

Sur la solution préparée pour essai (6.1), procéder au dosage des métaux lourds selon la méthode OIV-MA-AS323-07 du Recueil. La teneur en métaux lourds, exprimée en plomb, doit être inférieure à 5 mg/kg.

6.9. Plomb

Sur la solution préparée pour essai (6.1), procéder au dosage du plomb selon la méthode OIV-MA-AS323-07 du Recueil. La teneur en plomb doit être inférieure à 2 mg/kg.

6.10. Mercure

Sur la solution préparée pour essai (6.1), procéder au dosage du mercure selon la méthode OIV-MA-AS323-07 du Recueil. La teneur en mercure doit être inférieure à 1 mg/kg.

6.11. Arsenic

Sur la solution préparée pour essai (6.1), procéder au dosage de l'arsenic selon la méthode OIV-MA-AS323-07 du Recueil. La teneur en arsenic doit être inférieure à 3 mg/kg.

7. ANALYSE QUANTITATIVE

Les acides organiques du vin peuvent être séparés et déterminés simultanément par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) sur des colonnes C18 avec détection UV à 210 nm, selon la méthode OIV-MA-AS313-04 de type IV du Recueil international des méthodes d'analyse.

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

8. CONSERVATION

L'acide fumarique doit être conservé dans des récipients hermétiquement clos.

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023