RÉSOLUTION OIV-OENO 571-2017

MONOGRAPHIE SUR LE GLUTATHION

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,

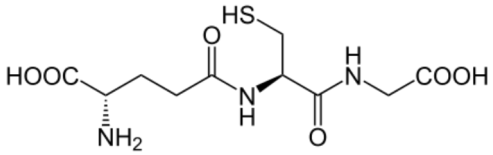
CONSIDÉRANT les travaux du Groupe d'experts « Spécifications des produits œnologiques »,

CONSIDÉRANT la résolution OIV-OENO 445-2015 « Traitement des moûts au glutathion » et la résolution OIV-OENO 446-2015 « Traitement des vins au glutathion », adoptées en 2015,

DÉCIDE de compléter le *Codex œnologique international* avec la monographie suivante :

Glutathion

Nom chimique : **¤-L-Glutamyl-L-cystéinylglycine**



$C_{10}H_{17}N_3O_6S$

Numéro CAS : 70-18-8

Masse moléculaire : 307,33 g/mol

1. OBJET, ORIGINE ET DOMAINE D'APPLICATION

Le glutathion réduit (GSH) est un tripeptide biologiquement actif composé de L-glutamate, de L-cystéine et de glycine. Ses propriétés antioxydantes sont susceptibles de lutter contre les phénomènes d'oxydation dans les moûts et les vins et de protéger les composés aromatiques.

Le GSH est produit principalement par fermentation microbienne. Les méthodes de production chimique et par réaction enzymatique plus onéreuses ne sont pas mises en œuvre à l'échelle industrielle.

Exemplaire certifié conforme Sofia, 2 juin 2017
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2017

Les productions par fermentation microbienne utilisent couramment S*accharomyces cerevisiae* et *Candida utilis* ou d'autres micro-organismes non-*Saccharomyces*, et plus généralement leurs mutants. Les teneurs en GSH par cultures des levures de souches mutantes sont habituellement élevées (entre 3,5 et 9 % du poids cellulaire sec).

Lorsque les mutants utilisés pour la production de GSH proviennent de levures génétiquement modifiées, ils doivent bénéficier d'une autorisation d'utilisation préalable de la part des autorités compétentes.

2. ÉTIQUETAGE

L'étiquette doit mentionner :

- le nom ou la dénomination de vente,
- indication « produit destiné à un usage œnologique, utilisation limitée »,
- la teneur en GSH,
- les additifs éventuels,
- le mode d'emploi,
- le numéro de lot ainsi que la date d'expiration et les conditions de conservation dans des conditions définies de température, d'humidité et de ventilation,
- le nom du genre et de l'espèce des sources microbiennes (uniquement en cas de production par fermentation microbienne),
- l'indication que le GSH est produit par des mutants obtenus par modification génétique ainsi que le caractère modifié si cela est le cas (uniquement en cas de production par fermentation microbienne),
- le nom ou la raison sociale et l'adresse du fabricant, du conditionneur ou du vendeur,
- la quantité nette.

3. CARACTÈRES

Le GSH se présente généralement sous la forme d'une poudre blanche cristalline soluble dans l'eau, donnant une solution aqueuse limpide et incolore présentant un léger goût de réduit. Il convient de prendre des précautions (point 4.3 et point 6.) pour

Exemplaire certifié conforme Sofia, 2 juin 2017
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2017

garantir la stabilité du GSH afin d'éviter l'auto-oxydation et la production de glutathion oxydé (GSSG).

3.1. Identification

3.1.1. Pouvoir rotatoire

Pouvoir rotatoire spécifique : $[\alpha]_D$ 25 : -18,9° (c = 4,653 % à T = 25 °C)

3.1.2. Point de fusion

190 - 195 °C

4. LIMITES ET MÉTHODES D'ESSAI

4.1. Dosage du GSH

Les concentrations en glutathion réduit (GSH) sont mesurées par la méthode d'électrophorèse capillaire décrite en annexe.

La teneur en glutathion réduit doit être ≥ 98 %.

4.2. Humidité

Elle est mesurée par la perte de poids de 5 g de produit, séché à 105 °C jusqu'à poids constant (environ 3 heures). La teneur maximale en humidité de la forme solide doit être inférieure ou égale à 0,5 %.

4.3. Solution pour essais

Dissoudre 1 g de GSH dans 100 mL d'eau ultra-pure de type I. La solution de GSH doit être préparée chaque jour et conservée à basse température (2α4 °C) dans une bouteille en verre brun.

4.4. Plomb

Procéder au dosage selon la méthode figurant au chapitre II *du Codex œnologique international*. La teneur en plomb doit être inférieure à 2 mg/kg de matière sèche.

4.5. Mercure

Procéder au dosage selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. La teneur en mercure doit être inférieure à 1 mg/kg de matière sèche.

Exemplaire certifié conforme Sofia, 2 juin 2017
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2017

4.6. Arsenic

Procéder au dosage selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. La teneur en arsenic doit être inférieure à 3 mg/kg de matière sèche.

4.7. Cadmium

Procéder au dosage selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. La teneur en cadmium doit être inférieure à 1 mg/kg de matière sèche.

4.8. Levures vivantes

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. Le nombre de levures vivantes doit être inférieur ou égal à 10^2 UFC/g.

4.9. Moisissures

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. Le nombre de moisissures doit être inférieur à 10^2 UFC/g.

4.10. Bactéries lactiques

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international.* Le nombre de bactéries lactiques doit être inférieur à 10^3 UFC/g.

4.11. Bactéries acétiques

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. Le nombre de bactéries acétiques doit être inférieur à 10^3 UFC/g.

4.12. Salmonelles

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. L'absence doit être contrôlée sur un échantillon de 25 g.

4.13. Escherichia coli

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. L'absence doit être contrôlée sur un échantillon de 1 g.

Exemplaire certifié conforme Sofia, 2 juin 2017
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2017

4.14. Staphylocoques

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. L'absence doit être contrôlée sur un échantillon de 1 g.

4.15. Coliformes

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du *Codex œnologique international*. Le nombre de coliformes doit être inférieur à 10 UFC/g.

5. ADDITIFS

Ils doivent être conformes aux réglementations en vigueur.

6. CONSERVATION

Conserver dans un emballage scellé. Stocker dans un endroit frais (2□8 °C) et sec. Dans tous les cas, se référer aux prescriptions du fabricant.

Annexe

Dosage du glutathion (GSH) dans les préparations commerciales par électrophorèse capillaire

Ce dosage est effectué selon la méthode de détermination du glutathion dans les moûts et les vins (Résolution OIV-OENO 345-2009).

Les échantillons de glutathion à doser sont préparés par dilution de la solution pour essais (point 4.3 de la monographie du glutathion) afin d'obtenir une concentration finale de l'ordre de 20 mg/L (par exemple 200 µL dans 100 mL d'eau ulta-pure (si le taux de glutathion dans la préparation commerciale est proche de 100 %). Si nécessaire, cette préparation est clarifiée par centrifugation avant d'être analysée.

7. CARACTERISTIQUES DE LA METHODE

Certains éléments de validation internes ont été déterminés dans la matrice vin (Résolution OIV-OENO 345-2009) pour réaliser les courbes d'étalonnage et les tests de répétabilité. Chaque concentration est calculée à partir de la moyenne de trois déterminations obtenues en utilisant la droite de régression de la courbe d'étalonnage. Les résultats sont exprimés en mg/L. La régression linéaire et le coefficient de

Exemplaire certifié conforme Sofia, 2 juin 2017
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2017

corrélation sont calculés selon la méthode des moindres carrés. La solution mère de glutathion est réalisée à partir d'une solution d'HCl/EDTA permettant de la conserver sans perte plusieurs jours à +6 °C. Des dilutions successives de cette solution permettent d'estimer le seuil limite de détection de la méthode, pour un rapport signal sur bruit supérieur ou égal à trois.

La courbe d'étalonnage est établiée entre 0 à 40 mg/L, la régression linéaire est égale à Y = 0,583X - 0,948, et le coefficient de corrélation est 0,9966.

Ces conditions d'analyse permettent d'éliminer les interférences provoquées par les produits d'hydrolyse du MBB.

La répétabilité de la méthode, calculée à partir de dix analyses d'un même échantillon de vin, pour une concentration de 10 mg/L, montre un coefficient de variation de 6,0 % pour le glutathion.

La limite de détection du glutathion est de 20 µg/L (dans le vin) et sa limite de quantification est de 60 µg/L.

BIBLIOGRAPHIE

Voir résolution OIV-OENO 345-2009.

Exemplaire certifié conforme Sofia, 2 juin 2017
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2017