RÉSOLUTION OIV-OENO 553-2016

ANALYSE DES COMPOSES VOLATILS DES VINS PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

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,

Sur proposition de la Sous-commission « Méthodes d'analyses »,

DÉCIDE de compléter l'annexe A du *Recueil des méthodes internationales d'analyse* par la méthode de type IV suivante :

ANALYSE DES COMPOSES VOLATILS DES VINS PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

1. Portée

Cette méthode est applicable à l'analyse des composés volatils des vins contenant moins de 20 g/L de sucre.

Pour les vins contenant plus de 20 g/L de sucre et les mistelles, une distillation préalable (identique à celle pratiquée pour l'obtention du TAV) est nécessaire, toutefois la distillation entraîne une partie parfois importante des composés.

2. Champ d'application

La présente méthode peut être appliquée pour la quantification des éléments suivants (liste non exhaustive):

- Ethanal ;
- Acétate d'éthyle ;
- Méthanol ;
- Butan-2-ol ;
- Propan-1-ol ;
- 2-Méthylpropan-1-ol ;

Exemplaire certifié conforme Bento Gonçalves, 28 octobre 2016
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2016

- Acétate d'isoamyle ;
- Butan-1-ol;
- 2-Méthylbutan-1-ol ;
- 3-Méthylbutan-1-ol ;
- Pentan-1-ol ;
- Acétoïne ;
- Lactate d'éthyle ;
- Hexan-1-ol ;
- 3-Ethoxypropanol ;
- Octanoate d’éthyle ;
- Furfuraldéhyde ;
- Butane-2,3-diol (2R,3R) ;
- Butane-2,3-diol (2R,3S) ;
- Propane-1,2-diol ;
- Butyrolactone ;
- Succinate de diéthyle ;
- Acide hexanoïque (semi-quantitatif) ;
- 2-Phényléthanol ;
- Malate de diéthyle ;
- Acide octanoïque (semi-quantitatif) ;
- Acide décanoïque (semi-quantitatif).

Note : le diacétyle et l'acide acétique ne peuvent pas être quantifiés par cette méthode mais ils apparaissent dans les chromatogrammes.

3. Principe

Les composés volatils sont quantifiés par chromatographie en phase gazeuse après

Exemplaire certifié conforme Bento Gonçalves, 28 octobre 2016
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2016

injection directe de l'échantillon, additionné du standard interne, dans une colonne capillaire revêtue d'une phase polaire greffée et détection par ionisation de flamme.

4. Réactifs et produits

Les quantités et mode de préparation sont données à titre d'exemple et peuvent être adaptées en tant que de besoin aux types de vins

4.1. Eau déminéralisée - (par exemple ISO 3696 type II ou résistivité ≥ 18 MΩ.cm) ;

4.2. Ethanol [CAS 64-17-5], pureté ≥ 96% ;

4.3. Hydrogène de haute pureté pour la GC (par exemple H_2O ≤ 4 ppm; O_2 ≤ 2 ppm; C_nH_m ≤ 0,5 ppm ; N_2 ≤ 4ppm) ;

4.4. Hélium de haute pureté pour la GC (par exemple H_2O ≤ 3 ppm ; O_2 ≤ 2 ppm ; C_nH_m ≤ 1 ppm ; N_2 ≤ 5 ppm) ;

4.5. Air comprimé de haute pureté pour la GC ;

4.6. Ethanal [CAS 75-07-0], pureté ≥ 99% ;

4.7. Acétate d'éthyle [CAS 141-78-6], pureté ≥ 99,5% ;

4.8. Méthanol [CAS 67-56-1] pureté ≥ 99,8% ;

4.9. Diacétyle [CAS 431-03-08], pureté ≥ 99% ;

4.10. Butan-2-ol [CAS 15892-23-6], pureté ≥ 99,5% ;

4.11. Propan-1-ol [CAS 71-23-8], pureté ≥ 99,5% ;

4.12. 2-Méthylpropan-1-ol [CAS 78-83-1], pureté ≥ 99,5% ;

4.13. Acétate d'isoamyle [CAS 123-92-2], pureté ≥ 97% ;

4.14. Butan-1-ol [CAS 71-36-3], pureté 99,5% ;

4.15. 4-Méthylpentan-2-ol (standard interne) [CAS 108-11-2], pureté ≥ 99% ;

4.16. 2-Méthylbutan-1-ol [CAS 137-32-6], pureté ≥ 99% ;

4.17. 3-Méthylbutan-1-ol [CAS 125-51-3], pureté ≥ 99.5% ;

4.18. Pentan-1-ol [CAS 71-41-0], pureté ≥ 99% ;

4.19. Acétoïne [CAS 513-86-0], pureté ≥ 96% ;

4.20. Lactate d'éthyle [CAS 687-47-8], pureté ≥ 98% ;

4.21. Hexan-1-ol [CAS 111-27-3], pureté ≥ 99.0% ;

4.22. 3-Ethoxypropanol [CAS 111-35-3], pureté ≥ 97% ;

4.23. Octanoate d'éthyle [CAS 106-32-1], pureté ≥ 99% ;

4.24. Furfuraldéhyde [CAS 98-01-1], pureté ≥ 99.0% ;

4.25. Acide acétique [CAS 64-19-7], pureté ≥ 99% ;

Exemplaire certifié conforme Bento Gonçalves, 28 octobre 2016
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2016

4.26. Butane-2,3-diol (2R,3R) et (2R,3S) [CAS 513-85-9], pureté ≥ 98% ;

4.27. Propane-1,2-diol [CAS 57-556], pureté ≥ 99,5% ;

4.28. Butyrolactone [CAS 96-48-0], pureté ≥ 99% ;

4.29. Succinate de diéthyle [CAS 123-25-1], pureté 99% ;

4.30. Acide hexanoïque [CAS 142-62-1], pureté ≥ 99,5% ;

4.31. 2-Phényléthanol [CAS 60-12-8], pureté 99% ;

4.32. Malate de diéthyle [CAS 7554-12-3], pureté ≥ 97% ;

4.33. Acide octanoïque [CAS 124-07-2], pureté ≥ 99,5% ;

4.34. Acide décanoïque [CAS 334-48-5], pureté ≥ 99,5%.

Note : le diacétyle et l'acide acétique ne peuvent pas être quantifiée par cette méthode mais ils apparaissent dans les chromatogrammes."

Préparation des solutions réactives *(les quantités sont données à titre d'exemple et peuvent être adaptées en tant que de besoin aux types de matrices à analyser)*

4.35. Mélange hydro alcoolique à 10 % réaliser avec l'éthanol (4.2) et l'eau (4.1).

4.36. Solution d'étalon interne : verser 1 mL de 4-méthylpentan-2-ol (4.15) dans une fiole de 100 mL (5.2). Compléter au trait de jauge avec de l'éthanol (4.2). Répartir dans des flacons sur lesquels est notée la date de fabrication. Conserver au réfrigérateur.

4.37. Vin de référence interne ou externe (par exemple un MRC (matériau de référence certifié) de vin ou un vin utilisé comme matériau de référence provenant d'un programme d'intercomparaison entre laboratoires).

4.38. Solution mère d'étalonnage

Les composés sont pesés individuellement à ± 1 mg (pesées nominales, voir tableau ci-dessous) à l'aide d'une balance de précision (5.4). Afin d'éviter les pertes par évaporation, ajouter rapidement un peu d'éthanol (4.2). Agiter, verser dans une fiole de 1L (5.3). Rincer avec de l'éthanol. Ajouter 2,5 mL de 4-méthylpentan-2-ol (4.15). Compléter avec de l'éthanol (4.2) qsp 1L et homogénéiser. Répartir dans des flacons et stocker au congélateur. Noter les poids exacts.

composé	pesée nominale (en mg)	concentration finale dans le mélange étalon fille d'étalonnage 4.39 (mg/L)	composé	pesée nominale (en mg)	concentration finale dans le mélange étalon fille d'étalonnage 4.39 (mg/L)
éthanal (4.6)	500	50	hexan-1-ol (4.21)	300	30

Exemplaire certifié conforme Bento Gonçalves, 28 octobre 2016
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2016

acétate d'éthyle (4.7)	1500	150	3-éthoxypropanol (4.22)	160	16
méthanol (4.8)	650	65	furfuraldéhyde (4.24)	50	5
diacétyle (4.9)	50	5	octanoate d'éthyle (4.23)	120	12
butan-2-ol (4.10)	160	16	acide acétique (4.25)	5000	500
propan-1-ol (4.11)	350	35	butane-2,3-diol (4.26)	4000	400
2-méthylpropan-1-ol (4.12)	240	24	propane-1,2-diol (4.27)	1000	100
acétate d'isoamyle (4.13)	250	25	butyrolactone (4.28)	50	5
butan-1-ol (4.14)	160	16	succinate de diéthyle (4.29)	500	50
2-méthylbutan-1-ol (4.16)	160	16	acide hexanoïque (4.30)	250	25
3-méthylbutan-1-ol (4.17)	1000	100	2-phényléthanol (4.31)	500	50
pentan-1-ol (4.18)	160	16	malate de diéthyle (4.32)	1000	100
acétoïne (4.19)	250	25	acide octanoïque (4.33)	500	50
lactate d'éthyle (4.20)	1500	150	acide décanoïque (4.34)	750	75

4.39. Solution fille d'étalonnage

Juste avant utilisation, diluer dix fois la solution mère d'étalonnage (4.38).

5. Appareillage

5.1. Fioles jaugées (classe A) de 20 mL ;

Exemplaire certifié conforme Bento Gonçalves, 28 octobre 2016
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2016

5.2. Fioles jaugées (classe A) de 100 mL ;
5.3. Fioles jaugées (classe A) de 1 L ;
5.4. Balance de précision permettant des pesées à ± 1mg;
5.5. Chromatographe en phase gazeuse équipé de
Injecteur "split-splitless" ; et éventuellement d'un passeur pour injection automatique ;
Détecteur : ionisation de flamme (FID) ;
5.6. Colonne capillaire en silice fondue :

- phase polaire de type Carbowax 20M greffée,
- longueur 50 m,
- diamètre interne de 0,32 mm,
- épaisseur du film de 0,45 µm.

Note : d'autres systèmes peuvent être utilisés à condition qu'ils permettent de séparer de manière satisfaisante les différents composés.

6. Préparation des échantillons

Les échantillons de vins effervescents sont préalablement dégazés (par exemple en prélevant l'échantillon une première fois à l'aide d'une pipette automatique et en récupérant dans un tube.
Les vins contenant plus de 20 g/L de sucre et les mistelles sont distillés avant préparation.
Introduire l'échantillon dans une fiole de 20 mL (5.1). Ajouter 0,5 mL de la solution de standard interne (4.36) et compléter au trait de jauge avec le vin.

7. Mode opératoire

Analyser à l'aide du chromatographe en phase gazeuse (5.5) équipé de la colonne capillaire (5.6).
Conditions analytiques données à titre d'exemple
Gaz vecteur colonne (4.4) : $P_{hélium}$ = 90 kPa ;
Note : un autre gaz vecteur comme l'hydrogène peut être utilisé, mais il vaut mieux éviter l'azote ;
Débit fuite septum : 2,5 mL/min ;

Exemplaire certifié conforme Bento Gonçalves, 28 octobre 2016
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND
© OIV 2016

Débit fuite colonne : 40 mL/min ;
Injection en mode split ;
Volume injecté : 1 µL ;
Température de l'injecteur : 200 °C ;
Détecteur : FID (ionisation de flamme)

- température détecteur à 250 °C
- flamme : Phydrogène (4.3) = 50 kPa et Pair (4.5) = 130 kPa.

Programmation de température :

- . temp. 1 = 32 °C à 2.5 °C/min, jusqu'à 80 °C - t_1 = 0 min
- . temp. 2 = 80 °C à 4 °C/min, jusqu'à 170 °C - t_2 = 20 min
- . temp. 3 = 170 °C à 10 °C/min, jusqu'à 220 °C - t_3 = 20 min

Etalonnage
Injecter la solution de calibration fille (4.39) avant chaque série d'analyses.
Calcul des facteurs de réponse :
RF_i = (surface$_i$ x Cc_{IS}) / (Cc_i x surface$_{IS}$)
Cc_i = concentration du composant de la solution de calibration
Surface$_i$ = surface du composant de la solution de calibration
Cc_{IS} = concentration du standard interne de la solution étalon
Surface$_{IS}$ = surface du standard interne de la solution étalon
Il est également possible d'utiliser une courbe d'étalonnage.
A titre d'exemple, des chromatogrammes d'une solution étalon et d'un vin sont donnés dans les Annexes

8. Calculs

Dans le cas de l'utilisation du facteur de réponse :

- calcul des concentrations : Cci = (surface$_i$ x Cc_{IS}) / (RFi x surface$_{is}$).

Exemplaire certifié conforme Bento Gonçalves, 28 octobre 2016
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND
© OIV 2016

9. Fidélité

Voir annexe C.

10. Assurance et maîtrise de la qualité

Le raccordement aux étalons internationaux se fait par la masse, le volume et la température

Des mélanges synthétiques ou des échantillons provenant, par exemple, de circuit d'aptitude sont utilisés comme contrôle qualité interne. Des cartes de contrôle peuvent être tracées.

11. Résultats

Les concentrations sont exprimées en mg/L avec les chiffres significatifs indiqués ci-dessous.

Paramètres analytiques	chiffre significatif après la virgule	Paramètres analytiques	chiffre significatif après la virgule
Ethanal	0	Lactate d'éthyle	0
Acétate d'éthyle	0	Hexan-1-ol	1
Méthanol	0	3-Ethoxypropanol	0
Butan-2-ol	1	Octanoate d'éthyle	0
Propan-1-ol	0	Furfuraldéhyde	1
2-Méthylpropan-1-ol	0	Butane-2,3-diol (2R.3R)	0
Acétate d'isoamyle	1	Butane-2,3-diol (méso)	0
Butan-1-ol	1	Propane-1,2-diol	0

Exemplaire certifié conforme Bento Gonçalves, 28 octobre 2016
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2016

2-Méthylbutan-1-ol	0	Butyrolactone	0
3-Méthylbutan-1-ol	0	Succinate de diéthyle	0
Pentan-1-ol	1	2-Phényléthanol	0
Acétoïne	0	Malate de diéthyle	0

Annexe A

Bibliographie

1. BERTRAND A., GUEDES DE PINHO P. et ANOCIBAR BELOQUI A. (1994) : Les constituants majoritaires du vin, FV 971, OIV, 15 pages.

ANNEXE B

Exemple de chromatogrammes

Exemplaire certifié conforme Bento Gonçalves, 28 octobre 2016
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2016

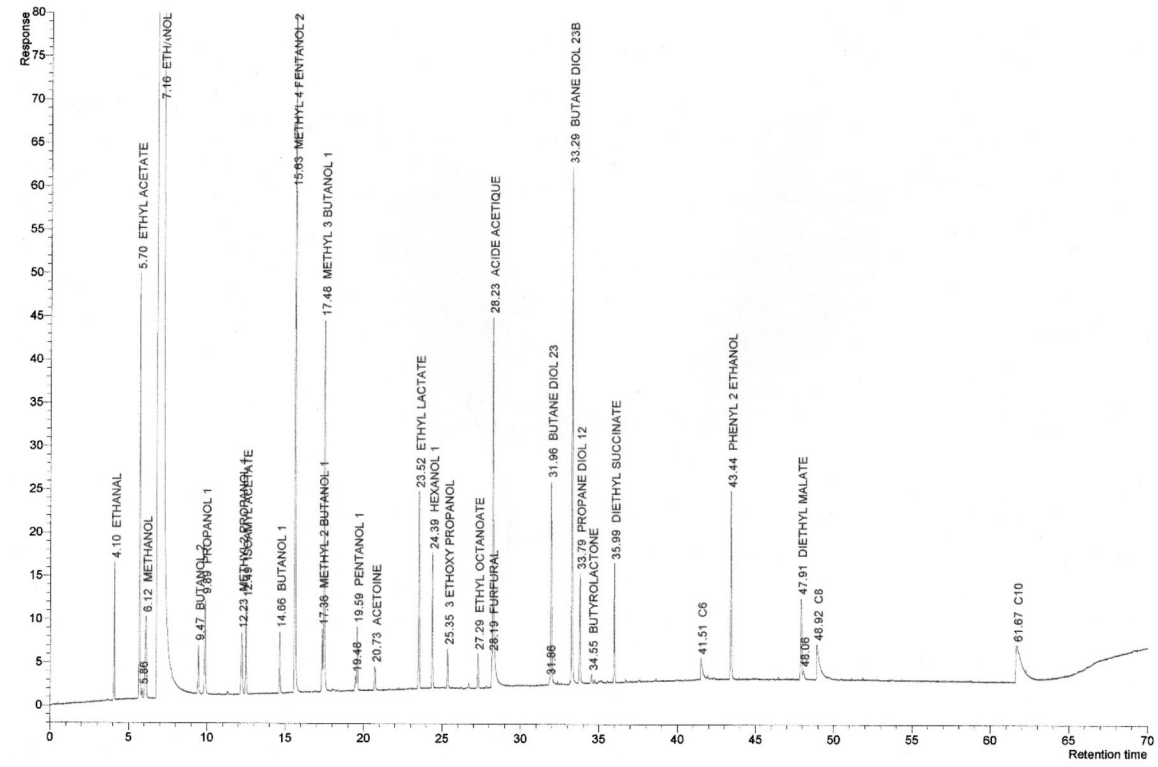


Figure 1 : chromatogramme d'une solution étalon de composés volatils

© OIV 2016

Exemplaire certifié conforme Bento Gonçalves, 28 octobre 2016

Le Directeur Général de l'OIV

Secrétaire de l'Assemblée Générale

Jean-Marie AURAND

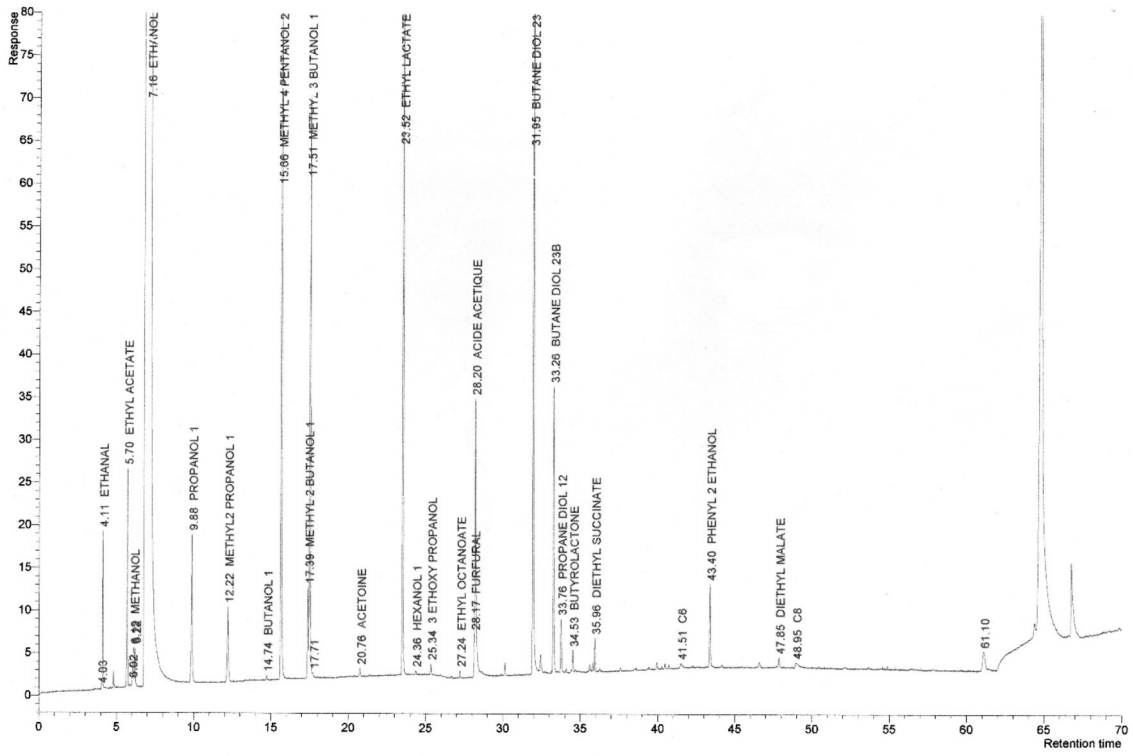


Figure 2 : chromatogramme des composés volatils d'un vin blanc (sucre < 15g/L).

Annexe C

Résultats statistiques de l'analyse interlaboratoire

Seront communiqués en avril 2017

Exemplaire certifié conforme Bento Gonçalves, 28 octobre 2016
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2016