RÉSOLUTION OIV-OENO 419D-2015

MÉTHODES SPÉCIFIQUES POUR L'ANALYSE DES SUCRES DE RAISIN (MOÛTS DE RAISINS CONCENTRÉS RECTIFIÉS) □ INDICE DE FOLIN-CIOCALTEU

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 de la Sous-commission « Méthodes d'analyse » destinés à mettre à jour le Recueil avec des méthodes spécifiques pour l'analyse des sucres de raisin,

DÉCIDE d'insérer, dans l'annexe F du *Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts*, intitulée « Méthodes spécifiques pour l'analyse des sucres de raisin (moûts de raisin concentrés rectifiés », la méthode suivante : « Indice de Folin-Ciocalteu »

DÉCIDE donc d'adapter la résolution OENO 47-2000 incluse dans le *Codex œnologique international*.

Méthode de type IV

Méthode OIV

Indice de Folin-Ciocalteu

1. DÉFINITION

L'indice de Folin-Ciocalteu (IFC) est le résultat obtenu par application de la méthode décrite ci-dessous.

Cette méthode s'applique aux moûts concentrés rectifiés (MCR).

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Tous les composés phénoliques des MCR sont oxydés par le réactif de Folin-Ciocalteu. Dans les MCR, d'autres substances réductrices peuvent interférer, comme par exemple les sucres et le dioxyde de soufre. Cette interférence peut être évaluée en

Exemplaire certifié conforme Mayence, 10 juillet 2015
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2015

mesurant un « blanc » dépourvu de substances phénoliques, préparé en traitant l'échantillon correspondant au charbon actif.

Le réactif de Folin-Ciocalteu est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMo_{12}O_{40}$) qui, lors de l'oxydation des substances réductrices présentes dans le MCR, est réduit en mélange d'oxydes bleus de tungstène (W_8O_{23}) et de molybdène (Mo_8O_{23}). La coloration bleue produite possède une absorption maximum aux environs de 750 nm.

3. RÉACTIFS

Ils doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être distillée ou d'une pureté équivalente.

3.1. Substances chimiques

3.1.1. Tungstate de sodium dihydraté, $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ (n° CAS : 10213-10-2) ;

3.1.2. Molybdate de sodium dihydraté, $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$ (n° CAS : 10102-40-6) ;

3.1.3. Solution d'acide phosphorique à 85 %m dans du H_2O, H_3PO_4, ¤ $_{20}$ = 1,71 g/ml (n° CAS : 7664-38-2) ;

3.1.4. Chlorure d'hydrogène, HCl, ¤ $_{20}$ = 1,2 g/ml (n° CAS : 7647-01-0) ;

3.1.5. Sulfate de lithium monohydraté, $Li_2SO_4 \cdot H_2O$ (n° CAS : 10102-25-7) ;

3.1.6. Brome, Br_2 (n° CAS : 7726-95-6) ;

3.1.7. Carbonate de sodium anhydride, Na_2CO_3 (n° CAS : 497-19-8) ;

3.1.8. Charbon actif décolorant (n° CAS : 7440-44-0).

3.2. Réactif de Folin-Ciocalteu

Ce réactif est disponible dans le commerce prêt à l'emploi.

Il peut être préparé de la façon suivante : dissoudre 100 g de tungstate de sodium ($Na_2WO_4.2H_2O$) et 25 g de molybdate de sodium ($Na_2MoO_4.2H_2O$) dans 700 mL d'eau distillée. Ajouter 50 mL d'acide phosphorique à 85 % (¤$_{20}$ = 1,71 g/mL) et 100 mL d'acide hydrochlorique concentré (¤$_{20}$ = 1,19 g/mL). Porter à ébullition sous reflux durant 10 heures. Ajouter ensuite 150 g de sulfate de lithium ($Li_2SO_4.H_2O$) et quelques gouttes de brome et porter à nouveau à ébullition durant 15 min. Laisser refroidir et compléter à 1 litre avec de l'eau distillée.

3.3. Carbonate de sodium anhydre (Na_2CO_3) en solution à 20 % m/v.

Exemplaire certifié conforme Mayence, 10 juillet 2015
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2015

4. Appareillage

Matériel de laboratoire courant, et notamment :

4.1. Fioles jaugées de 100 mL ;

4.2. Spectrophotomètre permettant de travailler à 750 nm ;

4.3. Balance technique (± 0.01 g) ;

4.4. Éprouvette cylindrique graduée de 50 mL;

4.5. Bécher de 50 mL ;

4.6. Agitateur magnétique ;

4.7. Filtre papier à filtration rapide ;

4.8. Pipette graduée de 5 mL ;

4.9. Cuvette en verre optique ;

4.10 Bain à ultrasons.

5. MODE OPÉRATOIRE

Une bonne répétabilité des résultats est obtenue en utilisant un appareillage (fioles jaugées et cuves du spectrophotomètre) rigoureusement propre.

5.1. Préparation de l'échantillon

Soit un pourcentage P (m/m) P de sucres totaux dans le moût concentré rectifié.

Diluer le MCR avec de l'eau distillé jusqu'à obtenir une concentration en sucres totaux dans la solution de de 25 ± 0,5 % (m/m) (25 °Brix) : peser une masse en g égale à 2500/P dans une fiole jaugée (4.1) et compléter à 100 g avec de l'eau.

5.2. Préparation d'un blanc

Prélever 10 mL de la solution 5.1 à l'aide de l'éprouvette cylindrique graduée (4.4) et les introduire dans un bécher (4.5), puis ajouter 0,5 g de charbon actif (3.1.8).

Laisser au contact pendant 15 minutes à l'aide d'un agitateur magnétique (4.6), puis filtrer la solution au travers d'un filtre papier à filtration rapide (4.7).

5.3. Réaction colorée

5.3.1. Développement de la couleur dans l'échantillon

Introduire les réactifs ou solutions suivants dans une fiole jaugée de 100 mL (4.1), en

Exemplaire certifié conforme Mayence, 10 juillet 2015
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2015

respectant strictement l'ordre indiqué :

- 5 mL de l'échantillon (5.1) à l'aide d'une pipette (4.8),
- 50 mL d'eau distillée au moyen de l'éprouvette cylindrique graduée (4.4),
- 5 mL du réactif de Folin-Ciocalteu (3.2) à l'aide d'une pipette (4.8),
- 20 mL de la solution de carbonate de sodium (3.3) au moyen de l'éprouvette cylindrique graduée (4.4).

Ajuster à 100 mL avec de l'eau distillée. Agiter pour homogénéiser. Attendre 30 minutes afin que la réaction se stabilise.
Durant cette période, les fioles doivent être placées dans un bain à ultrasons (4.10) pendant 15 minutes afin d'éliminer toute bulle susceptible de perturber la mesure spectrophotométrique.

5.3.2. Développement de la couleur dans le blanc

Procéder tel qu'indiqué au point 5.3.1 en remplaçant l'échantillon (5.1) par un blanc (5.2).

5.4. Mesures

Déterminer l'absorbance à 750 au travers d'une cuvette en verre d'un trajet optique de 1 cm par rapport à un blanc (5.2).
Si la valeur d'absorbance n'est pas proche de 0,3, il convient de procéder à une dilution appropriée jusqu'à ce que l'absorbance mesurée retombe aux alentours de 0,3.

6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

6.1. Mode de calcul

Le résultat est exprimé sous forme d'un indice obtenu en multipliant l'absorbance par 16 avec une décimale.
La valeur de l'IFC calculée doit être corrigée pour le blanc conformément à la formule suivante :
IFC mesuré à 25°Brix = $16\ d\,(A - A_{blanc})$
où :
A = absorbance à 750 nm mesurée dans l'échantillon à 25 ± 0,5 % (m/m) (5.1)

Exemplaire certifié conforme Mayence, 10 juillet 2015
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND
© OIV 2015

A_{blanc} = absorbance à 750 nm mesurée dans le blanc (5.2)

d = un facteur approprié en cas de dilution (5.4)

7. CARACTERISTIQUES DE LA MÉTHODE

La méthode a été contrôlée dans le laboratoire de l'ICQRF de Conegliano (Italie) en analysant deux échantillons de MCR. Chaque échantillon a de nouveau été enrichi avec du SO_2 à une concentration de 5 mg/kg ST (mg/kg de sucres totaux). Les échantillons ont été analysés à trois reprises :

Échantillons	Indice de FC à 25 °Brix			Moyenne	SD	r=2,8xSD
MCR 1	5,4	4,9	5,3	5,2	0,3	0,8
MCR 2	2,2	2,4	1,9	2,2	0,2	0,7

Des données complémentaires ont été fournies par le laboratoire de l'ASAE (Portugal) :

Nombre d'échantillons	Plage de concentration	Sr	r	SR	R
21	De 1 à 5,3	0,25	0,7		
21	De 1 à 5,0			0,91	2,5

Exemplaire certifié conforme Mayence, 10 juillet 2015
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2015