RESOLUTION OIV/OENO 382B/2010

ACTUALISATION DU RECUEIL DES METHODES INTERNATIONALES D'ANALYSE DES BOISSONS SPIRITUEUSES D'ORIGINE VITIVINICOLES – DÉTERMINATION GLOBALE DES COMPOSES PHÉNOLIQUES DANS LES BOISSONS SPIRITUEUSES D'ORIGINE VITIVINICOLE SANS ADDITION DE CARAMEL

L'ASSEMBLEE GENERALE

VU l'article 2 paragraphe 2b iv de l'accord du 3 avril 2001 portant création de l'organisation internationale de la vigne et du vin,

VU les actions du plan stratégique de l'OIV 2009-2012 en particulier celle qui vise à réorganiser les publications relatives aux méthodes d'analyse vitivinicoles

CONSIDERANT les travaux de la sous-commission des méthodes d'analyse

VU le « Recueil des méthodes internationales d'analyse des boissons spiritueuses d'origine vitivinicoles» adopté en 2009

DECIDE d'introduire la méthode de détermination globale des composes phénoliques dans les boissons spiritueuses d'origine vitivinicole dans le « Recueil des méthodes internationales d'analyse des boissons spiritueuses d'origine vitivinicoles»

DETERMINATION GLOBALE DES COMPOSES PHENOLIQUES DANS LES BOISSONS SPIRITUEUSES D'ORIGNE VITIVINICOLE SANS ADDITION DE CARAMEL

Méthode de type IV

1. Définition

Le dosage de Folin Ciocalteu permet de quantifier globalement les composés phénoliques provenant du bois présents dans les spiritueux vieillis en fût qui n'ont pas reçu d'addition de caramel.

Ce dosage n'est pas spécifique des composés phénoliques (cf. principe). Le caramel réagit également avec le réactif de Folin-Ciocalteu. Toutefois, dans le cas des boissons spiritueuses vieillies sous bois, la réponse est en grande majorité liée à la présence des composés phénoliques issus du bois de chêne (VIDAL et al., 1991).

Exemplaire certifié conforme Tbilisi, 25 juin 2010
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Fredercio CASTELLUCCI

© OIV 2010

La teneur en composés phénoliques Folin-Ciocalteu correspond à la réponse au test décrit ci-après. Cette réponse est exprimée en mg d'acide gallique /L par calibrage.

2. Principe

L'ensemble des composés phénoliques est oxydé par le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce dernier est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique qui est réduit, lors de l'oxydation des substances phénoliques, en mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène.

La coloration bleue produite possède une absorption maximum aux environs de 750-760 nm. Elle est proportionnelle à la quantité de composés phénoliques oxydés.

3. Appareillage

3.1. Matériel courant de laboratoire, et notamment :

- Bain thermostaté (70 °C),
- spectrophotomètre.

4. Réactifs

4.1. Réactif de Folin-Ciocalteu

Ce réactif est disponible dans le commerce prêt à l'emploi. Il peut être préparé de la façon suivant :

- 100 g de tungstate de sodium (No. CAS : 13472-45-2),
- 25 g de molybdate de sodium (No. CAS : 7631-95-0), sont dissous dans 700 mL d'eau distillée (No. CAS : 7732-18-5). Ajouter :
- 50 mL d'acide phosphorique (No. CAS : 7664-38-2) à 85% (ρ20=1.71 g/mL),
- 100 mL d'acide chlorhydrique (No. CAS : 7647-01-0) concentré (ρ20=1.19 g/mL).

Porter à ébullition sous reflux pendant 10 heures, ajouter ensuite :

- 150 g de sulfate de lithium (No. CAS : 10377-48-7),

Exemplaire certifié conforme Tbilisi, 25 juin 2010
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Fredercio CASTELLUCCI

© OIV 2010

- quelques gouttes de brome (No. CAS : 7726-95-6),

et porter à nouveau à ébullition durant 15 minutes. Refroidir et compléter à 1 litre avec de l'eau distillée.

4.2. Carbonate de sodium anhydre.

Préparer une solution à 4.25 % (m/v) dans de l'eau distillée.

4.3. Acide gallique anhydre (N° CAS 149-91-7)

5. Mode opératoire

5.1. Calibrage en acide gallique

Réaliser par pesée une solution hydroalcoolique mère d'acide gallique, puis par dilution des solutions filles (au moins 2). La gamme de calibrage comprend également un blanc (solution hydroalcoolique). A titre d'exemple la gamme peut comprendre les niveaux suivants : 0, 200 et 400 mg/L. Vérifier la linéarité du calibrage.

5.2. Préparation des échantillons

L'échantillon doit être parfaitement limpide et exempt de voltigeurs.

5.3. Réaction

Dans un tube à essai introduire :

- 0.2 ml d'échantillon (ou de solution de calibrage)
- 1 ml de réactif de Folin Ciocalteu,
- 18.8 ml de solution carbonate de sodium.

Après agitation, porter à environ 70°C pendant 20 minutes au bain thermostaté, puis refroidir sous un courant d'eau froide.

5.4. Mesure de l'absorbance à 760 nm.

L'absorbance à 760 nm est mesurée sous parcours optique de 1 cm.

Exemplaire certifié conforme Tbilisi, 25 juin 2010
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Fredercio CASTELLUCCI

© OIV 2010

6. Expression des résultats

Exprimer le résultat en mg d'acide gallique/L (calibrage linéaire), en tenant compte de la dilution éventuelle de l'échantillon. Si l'absorbance est superieur à 1, une nouvelle mesure est réalisée après dilution de l'échantillon si la linéarité est garantie

7. Références

1. BLOUIN J., LLORCA L., MONTREAU F.R., DUFOUR J.H., 1972. Etude des conditions optimales pour la détermination des composés phénoliques totaux par le réactif de Folin-Ciocalteu. Connaissance de la vigne et du vin, 6, 405-413.
2. VIDAL J.-P., CANTAGREL R., FAURE A., BOULESTEIX J.M., 1991. Comparaison de trois méthodes de dosage des composés phénoliques totaux dans les spiritueux. FV OIV n°904.

Exemplaire certifié conforme Tbilisi, 25 juin 2010
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Fredercio CASTELLUCCI

© OIV 2010