

RÉSOLUTION OIV/OENO 382A/2009

ACTUALISATION DU RECUEIL DES METHODES INTERNATIONALES D'ANALYSE DES BOISSONS SPIRITUEUSES D'ORIGINE VITIVINICOLES – PARTIE 4

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 l'édition de 1994 du Recueil des méthodes internationales d'analyse des boissons spiritueuses, des alcools et de la fraction aromatique des boissons

VU que certaines méthodes publiées dans le Recueil actuel s'appliquent effectivement aux boissons d'origine vitivinicole

DECIDE d'introduire ces méthodes dans le « Recueil des méthodes internationales d'analyse des boissons spiritueuses d'origine vitivinicoles »

DECIDE, de retenir en tant que méthodes de type IV certaines méthodes figurant déjà dans le Recueil actuel et de décrire comme méthodes d'analyse de Type II, la méthode suivante ;

Dosage des principaux composés extraits du bois lors du vieillissement des boissons spiritueuses d'origine vitivinicole

Partie 1 : Méthodes de type IV retenues qui figurent dans l'édition 1994 du Recueil des méthodes internationales d'analyse des boissons spiritueuses, des alcools et de la fraction aromatique des boissons. – Pour Information seulement

<i>Titre de la Méthode</i>	<i>N° page du Recueil édition 1994</i>
<i>Masse volumique</i>	<i>47</i>
<i>TAV par spectroscopie dans le proche infrarouge</i>	<i>66</i>

<i>Extrait sec indirect par calcul</i>	<i>85</i>
<i>pH</i>	<i>113</i>
<i>Carbamate d'éthyle</i>	<i>154</i>
<i>Intensité colorante</i>	<i>159</i>
<i>Caractéristiques chromatiques</i>	<i>161</i>
<i>Turbidité</i>	<i>178</i>
<i>Calcium</i>	<i>186</i>
<i>Cuivre</i>	<i>188</i>
<i>Fer</i>	<i>190</i>
<i>Plomb</i>	<i>192</i>
<i>Propanol-2 par CPG</i>	<i>293</i>
<i>Absorbance UV des alcools rectifiés d'origine vitivinicoles</i>	<i>306</i>
<i>Détermination de la teneur en carbone 14 par spectrométrie à scintillation liquide</i>	<i>307</i>

Partie 2 : Nouvelle méthode proposée

DOSAGE DES PRINCIPAUX COMPOSES EXTRAITS DU BOIS LORS DU VIEILLISSEMENT DES BOISSONS SPIRITUEUSES D'ORIGINE VITIVINICOLE

Méthode de type II

Année : 2009

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION.

La présente méthode a pour objet le dosage du furfural, de l'hydroxy-5 méthyl furfural et du méthyl-5 furfural, de la vanilline, de la syringaldéhyde, de la coniféraldéhyde et de la sinapaldéhyde, des acides gallique et ellagique, des acides vanillique, syringique et de la scopolétine par chromatographie en phase liquide à haute performance.

2. PRINCIPE.

Dosage par chromatographie liquide haute performance (C.L.H.P.), avec détection par spectrophotométrie ultra-violette à plusieurs longueurs d'ondes et par spectrofluorimétrie.

3. REACTIFS.

Les réactifs doivent être de qualité analytique. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente. Il est souhaitable d'utiliser de l'eau microfiltrée dont la résistivité est de 18.2 MΩ.

3.1. Alcool à 96 % vol.

3.2. Méthanol qualité C.L.H.P. (Solvant B).

3.3. Acide acétique dilué à 0,5 % vol. (Solvant A).

3.4. Phases mobiles : (à titre d'exemple seulement).

Solvants A (acide acétique à 0,5 %) et solvant B (Méthanol pur) Filtrer sur membrane (porosité 0,45 µm). Dégazer en cuve à ultrasons si nécessaire.

3.5. Etalons de référence à 99 % de pureté minimale : Furfural, hydroxy-5 méthyl furfural, méthyl-5 furfural, vanilline, syringaldéhyde, coniféraldéhyde, sinapaldéhyde, acides gallique et ellagique, acides vanillique et syringique, et scopolétine.

3.6. Solution de référence : les substances étalons sont dissoutes dans une solution hydroalcoolique à 50 % vol. Les concentrations finales dans la solution de référence sont

furfural : 5 mg/l; hydroxy-5 méthyl furfural : 10 mg/l; méthyl-5 furfural 2 mg/l; vanilline : 5 mg/l ; syringaldéhyde : 10 mg/l; coniféraldéhyde : 5 mg/l; sinapaldéhyde : 5 mg/l; acide gallique : 10 mg/l; acide ellagique : 10 mg/l; acide vanillique : 5 mg/l; acide syringique : 5 mg/l; scopolétine : 0,5 mg/l.

4. APPAREILLAGE.

Matériel courant de laboratoire,

4.1. Un chromatographe en phase liquide haute performance pouvant fonctionner en gradient binaire et équipé de :

4.1.1. Un détecteur spectrophotométrique permettant la mesure à une longueur d'onde à 280 et 313 nm. Il est toutefois préférable de travailler avec un détecteur à longueurs d'ondes multiples par exemple à barrettes de diodes, pour pouvoir confirmer la pureté des pics.

4.1.2. Un détecteur par spectrofluorimétrie longueur d'onde d'excitation 354 nm, longueur d'onde d'émission : 446 nm (pour le dosage fin de la scopolétine ; mais cette dernière est aussi détectable à 313 nm en spectrophotométrie).

4.1.3. Un dispositif d'injection permettant d'introduire une prise d'essai de 10 ou 20 µl. (par exemple).

4.1.4. Une colonne pour chromatographie liquide haute performance du type RP C18, de granulométrie 5 µm au maximum.

4.2. Seringues pour C.L.H.P.

4.3. Dispositif de filtration de petits volumes sur membrane.

4.4. Intégrateur-calculateur ou enregistreur dont les performances sont compatibles avec l'ensemble de l'appareillage, en particulier il doit avoir plusieurs canaux d'acquisition.

5. MODE OPERATOIRE.

5.1. Préparation de l'injection

La solution de référence de même que la boisson spiritueuse sont filtrées, si nécessaire, sur membrane dont le diamètre des pores est de 0,45 µm au maximum.

5.2. Conditions opératoires chromatographiques : Effectuer l'analyse à température ambiante dans les conditions définies en 4.1 en utilisant les phases mobiles (3.4) avec un débit d'environ 0,6 ml par minute selon le programme suivant (donné à titre d'exemple seulement)

Temps	0 min	50 min	70 min	90 min
-------	-------	--------	--------	--------

Solvant A (eau acide)	100%	60%	100%	100%
Solvent B (méthanol)	0%	40%	0%	0%

Toutefois, dans certains cas, ce gradient doit être modifié pour éviter des co-élutions.

5.3. Dosage

5.3.1. Injecter les étalons de référence séparément, puis en mélange. Adapter les conditions opératoires de telle sorte que les facteurs de résolution des pics de tous les composés soient au moins égaux à 1.

5.3.2. Injecter l'échantillon tel que préparé en 5.1 après l'avoir filtré sur membrane.

5.3.3. Mesurer la surface des pics dans la solution de référence et dans la boisson spiritueuse et calculer les concentrations.

6. EXPRESSION DES RÉSULTATS.

Exprimer la concentration de chaque constituant en mg/l.

7. Caractéristiques de performance de la méthode (précision)

Les données suivantes ont été obtenues en 2009 à partir d'une étude internationale de performance de la méthode sur des boissons spiritueuses diverses, effectuée selon les procédures internationalement reconnues.

Légende des tableaux :

- nLT: Nombre de laboratoires participants
- nL : Nombre de laboratoires pour estimer les limites de fidélité
- r : limite de répétabilité
- Sr : écart type de répétabilité
- RSDr : écart type de répétabilité en % du niveau
- R : limite de reproductibilité
- SR : écart type de reproductibilité
- RSDR : écart type de reproductibilité en % du niveau

- PRSDR : RSDR estimé avec l'équation d'Horwitz
- HoR : HorRat = RSDR / PRSDR

7.1. Acide gallique

	nLT	nL	Mean (mg/L)	r (mg/L)	Sr (mg/L)	RSDr (%)	R (mg/L)	SR (mg/L)	RSDR (%)	PRSDR (%)	HoR
Whisky	16	15	1.2	0.2	0.07	6.1	1.2	0.43	36	16	2.3
Brandy	15	14	0.4	0.1	0.04	8.1	0.6	0.20	47	18	2.6
Rhum	16	16	2.0	0.2	0.06	2.9	1.7	0.62	31	14	2.1
Cognac 1	16	16	6.1	0.5	0.18	3.0	9.1	3.3	53	12	4.4
Bourbon	16	16	7.3	0.5	0.18	2.4	6.2	2.2	30	12	2.6
Cognac 2	16	16	21.8	1.7	0.60	2.8	21.7	7.7	35	10	3.5

7.2. 5-Hydroxyméthylfurfural

	nLT	nL	Mean (mg/L)	r (mg/L)	Sr (mg/L)	RSDr (%)	R (mg/L)	SR (mg/L)	RSDR (%)	PRSDR (%)	HoR
Whisky	16	14	5.0	0.2	0.09	1.7	1.1	0.39	8	13	0.6
Brandy	16	14	11.1	0.3	0.09	0.8	2.8	1.01	9	11	0.8
Rhum	16	14	9.4	0.3	0.09	1.0	1.4	0.50	5	11	0.5
Cognac 1	16	14	33.7	1.2	0.42	1.3	12.5	4.5	13	9	1.4
Bourbon	16	14	5.8	0.2	0.07	1.2	1.1	0.4	7	12	0.6
Cognac 2	16	14	17.5	0.4	0.13	0.8	4.6	1.6	9	10	0.9

7.3. Furfural

	nLT	nL	Mean (mg/L)	r (mg/L)	Sr (mg/L)	RSDr (%)	R (mg/L)	SR (mg/L)	RSDR (%)	PRSDR (%)	HoR
Whisky	15	14	2.9	0.1	0.04	1.4	0.7	0.24	8	14	0.6
Brandy	15	12	1.2	0.2	0.05	4.5	0.5	0.18	15	16	0.9
Rhum	15	13	1.7	0.1	0.04	2.3	0.3	0.09	5	15	0.4
Cognac 1	15	14	10.6	0.5	0.18	1.7	3.8	1.4	13	11	1.1
Bourbon	15	13	15.3	0.6	0.23	1.5	1.4	0.49	3	11	0.3
Cognac 2	15	13	13.9	0.6	0.20	1.5	1.9	0.69	5	11	0.5

7.4. Acide vanillique

	nLT	nL	Mean (mg/L)	r (mg/L)	Sr (mg/L)	RSDr (%)	R (mg/L)	SR (mg/L)	RSDR (%)	PRSDR (%)	HoR
Whisky	15	12	0.2	0.1	0.03	14.2	0.2	0.06	28	20	1.4
Brandy	15	11	0.2	0.1	0.04	16.5	0.1	0.05	20	20	1.0
Rhum	15	14	1.5	0.1	0.03	2.3	1.4	0.51	35	15	2.3
Cognac 1	15	14	0.8	0.3	0.10	12.6	0.7	0.2	31	17	1.9
Bourbon	15	15	2.4	0.4	0.13	5.3	3.4	1.22	51	14	3.6
Cognac 2	15	14	2.7	0.6	0.21	7.7	2.0	0.70	26	14	1.9

7.5. 5-Méthylfurfural

	nLT	nL	Mean (mg/L)	r (mg/L)	Sr (mg/L)	RSDr (%)	R (mg/L)	SR (mg/L)	RSDR (%)	PRSDR (%)	HoR
Whisky	11	11	0.1	0.0	0.01	10.7	0.1	0.03	35	24	1.5
Brandy	11	11	0.2	0.0	0.01	6.1	0.1	0.04	18	20	0.9
Rhum	11	8	0.1	0.1	0.02	13.6	0.1	0.03	22	22	1.0
Cognac 1	11	11	0.5	0.1	0.02	4.7	0.5	0.18	39	18	2.2
Bourbon	11	10	1.7	0.1	0.03	2.0	0.6	0.20	12	15	0.8
Cognac 2	11	11	0.8	0.2	0.07	10.0	0.7	0.26	35	17	2.1

7.6. Acide syringique

	nLT	nL	Mean (mg/L)	r (mg/L)	Sr (mg/L)	RSDr (%)	R (mg/L)	SR (mg/L)	RSDR (%)	PRSDR (%)	HoR
Whisky	16	16	0.4	0.1	0.03	6.7	0.2	0.08	19	18	1.0
Brandy	15	15	0.2	0.1	0.02	12.6	0.1	0.05	29	21	1.4
Rhum	16	15	2.5	0.2	0.06	2.3	0.8	0.29	11	14	0.8
Cognac 1	16	15	1.4	0.4	0.13	9.0	0.7	0.26	18	15	1.2
Bourbon	16	16	3.4	0.2	0.08	2.3	1.2	0.43	13	13	0.9
Cognac 2	16	15	4.8	0.3	0.11	2.3	1.9	0.67	14	13	1.1

7.7. Vanilline

	nLT	nL	Mean (mg/L)	r (mg/L)	Sr (mg/L)	RSDr (%)	R (mg/L)	SR (mg/L)	RSDR (%)	PRSDR (%)	HoR
--	-----	----	----------------	-------------	--------------	-------------	-------------	--------------	-------------	--------------	-----

Whisky	16	16	0.5	0.1	0.03	6.8	0.3	0.09	19	18	1.1
Brandy	15	15	0.2	0.1	0.02	9.6	0.2	0.06	25	20	1.2
Rhum	16	16	1.2	0.2	0.06	4.6	0.5	0.18	15	16	1.0
Cognac 1	16	16	1.2	0.3	0.11	8.9	0.8	0.27	22	16	1.4
Bourbon	16	16	3.2	0.3	0.11	3.5	1.2	0.41	13	13	0.9
Cognac 2	16	16	3.9	0.3	0.09	2.3	1.7	0.62	16	13	1.2

7.8. Syringaldéhyde

	nLT	nL	Mean (mg/L)	r (mg/L)	Sr (mg/L)	RSDr (%)	R (mg/L)	SR (mg/L)	RSDR (%)	PRSDR (%)	HoR
Whisky	16	13	1.0	0.1	0.03	2.6	0.2	0.08	8	16	0.5
Brandy	15	13	0.2	0.1	0.02	8.1	0.2	0.07	33	20	1.6
Rhum	16	13	4.8	0.1	0.04	0.8	0.7	0.23	5	13	0.4
Cognac 1	16	12	3.2	0.2	0.08	2.6	0.5	0.19	6	14	0.4
Bourbon	16	14	10.5	0.3	0.10	0.9	1.1	0.39	4	11	0.3
Cognac 2	16	13	9.7	0.3	0.09	0.9	1.2	0.43	4	11	0.4

7.9. Scopolétine

	nLT	nL	Mean (mg/L)	r (mg/L)	Sr (mg/L)	RSDr (%)	R (mg/L)	SR (mg/L)	RSDR (%)	PRSDR (%)	HoR
Whisky	10	9	0.09	0.007	0.0024	2.6	0.04	0.01	15	23	0.6
Brandy	10	8	0.04	0.002	0.0008	2.2	0.02	0.01	16	26	0.6

Rhum	10	9	0.11	0.005	0.0018	1.6	0.07	0.03	23	22	1.0
Cognac 1	10	8	0.04	0.004	0.0014	3.3	0.02	0.01	17	26	0.7
Bourbon	10	8	0.65	0.015	0.0054	0.8	0.26	0.09	15	17	0.8
Cognac 2	10	8	0.15	0.011	0.0040	2.7	0.06	0.02	15	21	0.7

7.10. Coniféraldéhyde

	nLT	nL	Mean (mg/L)	r (mg/L)	Sr (mg/L)	RSDr (%)	R (mg/L)	SR (mg/L)	RSDR (%)	PRSDR (%)	HoR
Whisky	13	12	0.2	0.04	0.02	9.2	0.1	0.04	23	21	1.1
Brandy	12	12	0.2	0.04	0.02	9.8	0.1	0.04	27	21	1.3
Rhum	13	13	0.6	0.07	0.03	4.6	0.3	0.11	21	18	1.2
Cognac 1	12	12	0.8	0.09	0.03	4.3	0.5	0.18	23	17	1.4
Bourbon	13	13	4.6	0.24	0.09	1.9	1.1	0.38	8	13	0.6
Cognac 2	13	13	1.3	0.16	0.06	4.5	0.7	0.25	19	15	1.2

7.11. Sinapaldéhyde

	nLT	nL	Mean (mg/L)	r (mg/L)	Sr (mg/L)	RSDr (%)	R (mg/L)	SR (mg/L)	RSDR (%)	PRSDR (%)	HoR
Whisky	14	14	0.3	0.06	0.02	7.5	0.2	0.09	31	19	1.6
Brandy	14	13	0.2	0.03	0.01	4.6	0.2	0.05	27	20	1.3
Rhum	14	12	0.2	0.06	0.02	11.2	0.2	0.08	46	21	2.2

Cognac 1	14	13	1.6	0.17	0.06	3.7	0.6	0.20	13	15	0.8
Bourbon	15	13	8.3	0.38	0.14	1.6	2.3	0.81	10	12	0.8
Cognac 2	14	12	0.3	0.08	0.03	11.4	0.5	0.18	73	20	3.7

7.12. Acide ellagique

	nLT	nL	Mean (mg/L)	r (mg/L)	Sr (mg/L)	RSDr (%)	R (mg/L)	SR (mg/L)	RSDR (%)	PRSDR (%)	HoR
Whisky	7	7	3.2	0.6	0.20	6.3	4.0	1.41	44	13	3.2
Brandy	7	7	1.0	0.4	0.16	16	1.2	0.42	43	16	2.7
Rhum	7	7	9.5	0.9	0.30	3.2	11	4.0	42	11	3.7
Cognac 1	7	7	13	1.1	0.41	3.2	14	5.0	39	11	3.6
Bourbon	7	7	13	2.7	0.95	7.4	14	4.9	39	11	3.5
Cognac 2	7	6	36	1.0	0.34	1.0	40	14	40	9	4.3

8. BIBLIOGRAPHIE

1. PUECH J.M. 1986. in Les arômes des vins (Montpellier).
2. Méthodes d'analyse des boissons spiritueuses d'origine viticole, 1990, BERTRAND A., F.V. O.I.V. n° 867.
3. Comparaison de trois méthodes de dosages des composés phénoliques totaux dans les spiritueux, 1992, VIDAL J-P., CANTAGREL R., FAURE A., BOULESTEIX J-M., F.V. O.I.V. n° 904.
4. FV 1323 (2009) - Validation de l'analyse par HPLC des composés issus de la maturation sous bois des spiritueux