RÉSOLUTION OENO 11/2003

BENTONITES

L'ASSEMBLEE GENERALE,

VU l'Article 5, alinéa 4 de la Convention internationale d'unification des méthodes d'analyse et d'appréciation des vins du 13 octobre 1954,

SUR PROPOSITION de la Sous-Commission des méthodes d'analyse et d'appréciation des vins,

DECIDE de remplacer dans le Codex œnologique international, la monographie existante par la monographie suivante :

BENTONITES

Bentonita

N° SIN : 558

1. Objet, origine et domaine d'application

Les bentonites sont des silicates d'alumine hydratés appartenant au groupe des montmorillonites de formule brute :

$$Si_4\,(Al_{(2-x)}\,R_X)\,(O_{10},H_2O)\,(Ce_x,nH_2O)\;ou\;Si_4(Al_{(2-x)}\,R_x)\,(H_2O)n\;avec:$$

$$R = Mg, Fe, M, Zn, Ni$$

$$Ce\;(cations\;échangeables) = Ca, Na, Mg$$

Elles sont utilisées pour des opérations de clarification ou de stabilisation protéique des moûts et des vins. Les bentonites fixent certaines protéines instables et permettent ainsi leur élimination. Les bentonites sont capables de fixer de la matière colorante.

2. Etiquetage

L'étiquetage indiquera la nature de la bentonite (sodique naturelle, calcique, calcique

Exemplaire certifié conforme Paris, 19 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2003

activée) le numéro de lot et la date limite d'utilisation optimale (DLUO) en ce qui concerne les bentonites activées. Il devra faire apparaître les mentions de risque et de sécurité relatives à la présence de silice cristalline.

2.1. Bentonites naturelles:

En fonction de la nature du cation échangeable présent, il existe à l'état naturel deux types de bentonites :

- Les **bentonites sodiques**, où le sodium est le cation échangeable majoritaire, elles ont un fort pouvoir de gonflement et d'adsorption.
- Les **bentonites calciques,** où le calcium est le cation échangeable majoritaire, elles ont un pouvoir de gonflement et d'adsorption plus faible que les bentonites sodiques.

Ces deux types de bentonites, éventuellement après un séchage à 80-90 °C, sont simplement broyées avant leur commercialisation.

2.2. Bentonites activées :

Afin d'améliorer les propriétés d'adsorption des bentonites calciques, ces dernières sont le plus souvent activées par du carbonate de sodium puis séchées et broyées; on obtient ainsi des bentonites calciques activées dont les propriétés sont égales ou supérieures à celles des bentonites sodiques.

Les propriétés de ces bentonites ainsi activées ou permutées sont moins stables dans le temps (3 à 18 mois) et dépendent de l'activation et des taux de magnésium, calcium et sodium.

Ces différents types de bentonites se présentent sous forme de poudre ou de granulés sphériques ou cylindriques. Elles ont des couleurs très variables allant du blanc pour les produits les plus purs au gris, beige ou vert pour les autres.

3. Limites et methodes d'essais

3.1. Odeur

La bentonite ne doit pas présenter d'odeur indésirable (p.e. moisi) et ne pas céder de goût au vin.

Exemplaire certifié conforme Paris, 19 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2003

3.2. Mesure du pH

Agiter 5 g de bentonite avec 100 ml d'eau distillée pendant 5 minutes. Après une heure de repos, mesurer le pH du liquide surnageant. Les bentonites calciques naturelles ont un pH voisin de la neutralité (entre 6,5 et 8,5). Les bentonites sodiques naturelles ou calciques activées ont un pH nettement alcalin (entre 8,5 et 10,0).

3.3. Perte à la dessiccation

Par dessiccation de 5 g de bentonite à 105 °C pendant 4 heures, la perte de poids doit être comprise entre 5 et 15 p. 100 du poids initial (le plus souvent voisin de 10 p. 100).

3.4. Préparation de la solution pour essais

Peser **p** g de bentonite contenant 10 g de bentonite anhydre.

Dans un flacon de 500 ml à large col, pouvant être hermétiquement bouché, placer 100 ml de la solution d'acide tartrique à 5 g par litre amené à pH 3 (R). Faire tomber en pluie la prise d'essai de bentonite dans la solution constamment agitée (par exemple à l'aide d'un agitateur magnétique) en s'aidant d'un entonnoir. Une fois terminée cette addition, agiter énergiquement pendant 5 minutes. Laisser reposer 24 ou 48 heures. Décanter, centrifuger ou filtrer si nécessaire pour obtenir au moins 100 ml de liquide clair.

Toutes les limites suivantes fixées pour la bentonite sont rapportées au poids de bentonite sèche.

3.5. Teneur en montmorillonite

Taux minimum :

Ne doit pas être inférieur à 80 %, résultat donné par le fabricant (méthode de diffraction aux rayons X).

3.6. Teneur en différentes formes de silice libre

La teneur en silice cristalline (quartz N° CAS 14808-60-7, cristobalite N° CAS 14464-46-1) doit être inférieure à 3 p.100.

Le taux de particules inférieures à 10 microns doit être inférieur à 10%.

La teneur en silice cristalline respirable doit être inférieure à 0,3%.

Ces normes doivent figurer sur la fiche de sécurité fournie par le fabricant.

Exemplaire certifié conforme Paris, 19 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2003

3.7. Plomb

Sur la solution préparée pour les essais selon (3.4), faire le dosage à l'aide de la méthode décrite au Chapitre II.

La teneur en plomb soluble doit être inférieure à 5 mg/kg.

3.8. Mercure

Sur la solution préparée pour les essais (3.4) déterminer la teneur en mercure selon la méthode décrite au Chapitre II.

La teneur en mercure doit être inférieure à 1 mg/kg.

3.9. Arsenic

Sur 5 ml de solution préparée pour les essais (3.4), rechercher l'arsenic par la méthode décrite au Chapitre II

La teneur en arsenic soluble doit être inférieure à 2 mg/kg.

3.10. Fer

A 5 ml de solution préparée pour les essais (3.4), ajouter 12,5 ml d'eau, 1 ml d'acide chlorhydrique concentré (R) et 2 ml de solution de thiocyanate de potassium à 5 p. 100 (R). La coloration rouge doit être inférieure à celle que l'on obtient en utilisant 2,5 ml d'acide citrique à 5 p. 100 à pH 3 (R) 1 ml d'acide chlorhydrique concentré (R), 15 ml de solution d'un sel de fer(□□□) à 0,010 g de fer par litre (R) et 2 ml de solution de thiocyanate de potassium à 5 p. 100 (R).

La teneur en fer doit être inférieure à 600 mg/kg.

Le fer peut également être dosé par spectrométrie d'absorption atomique selon la méthode décrite au chapitre II.

3.11. Aluminium

Sur la solution préparée pour les essais (3.4), rechercher l'aluminium extractible selon la méthode décrite au Chapitre II.

La teneur en aluminium extractible doit être inférieure à 2,5 g/kg.

3.12. Calcium et magnésium

Sur la solution préparée pour les essais (3.4), doser le calcium et le magnésium par les méthodes figurant dans le Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts.

Exemplaire certifié conforme Paris, 19 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2003

La somme calcium + magnésium soluble doit être inférieure à 100 meq pour 100 g.

3.13. Sodium

Sur la solution préparée pour les essais (3.4), doser le sodium par la méthode figurant dans le Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts.

La teneur en sodium soluble doit être inférieure à 10 g/kg pour les bentonites naturelles et inférieure ou égale à 35 g/kg pour les bentonites activées.

3.14. Présence de grosses particules

Placer 1 l d'eau dans un verre à pied de 1,5 l. Ajouter lentement et en agitant sans cesse le liquide, une quantité de bentonite correspondant à 50 g de bentonite sèche. Agiter énergiquement 2 à 3 minutes et laisser au repos 24 heures. Agiter 2 à 3 minutes, laisser reposer 2 minutes. Rejeter par un siphon les 9/10 du liquide trouble qui surmonte les 100 ml de liquide et le dépôt est à laisser au fond du verre. Ajouter 900 ml d'eau, agiter 1 minute. Laisser reposer 2 minutes et recommencer ainsi jusqu'à avoir fait 5 lavages. Recueillir le dépôt dans une capsule. Sécher et peser. Le résidu doit être inférieur à 8 g pour 100 g.

3.15. Essai de désacidification

Peser un poids **p** de bentonite contenant 0,2 g de bentonite sèche. L'introduire dans un flacon de 125 ml contenant 50 ml de solution 0,033 M d'acide citrique (R). Agiter énergiquement pendant 5 minutes et laisser au repos pendant 30 minutes. Filtrer ou centrifuger. Prélever 10 ml de filtrat et titrer l'acidité par la solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium en présence d'une goutte de solution de phénolphtaléine (R). Soit ***n*** ml le volume versé pour obtenir le virage de l'indicateur :

250 (10 - **n**) est le nombre de milliéquivalents d'acides fixés ou neutralisés par 100 g de bentonite.

La limite maximale est de 2,5 eq /kg.

3.16. Taux de gonflement

Indice de gonflement : test spécifique nécessaire

2 g de bentonite est saupoudré sur 100 ml d'eau déminéralisée et sur 100 ml de vin placés dans une éprouvette graduée. Après 24 heures, on mesure le volume occupé par la bentonite. Celui-ci sera exprimé en ml/g de produit sec.

Exemplaire certifié conforme Paris, 19 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2003

3.17. Essai d'adsorption de protéines (pour les bentonites destinées à la déprotéinisation) :

3.17.1 Préparation de la solution d'essai :

mélanger 5 g de blanc d'oeuf avec une quantité suffisante de solution d'acide citrique à 5 g par litre (pH= 3) pour avoir 1 litre. Filtrer. Doser l'azote total sur 100 ml de cette solution par la méthode décrite au Chapitre II. Cette solution contient environ 90 mg d'azote total soit 575 mg de protéines par litre.

3.17.2. A 100 ml de cette solution ; pour chaque essai, apporter des doses croissantes de bentonites préparées en suspension à 5 %, de manière à traiter aux doses de 0,1 à 0,8 g/l. Agiter vigoureusement et maintenir à 15-20 °C pendant 6 heures. Centrifuger et procéder au dosage de l'azote total ou des protéines résiduelles.

Une bentonite de qualité déprotéinisante doit éliminer au moins 50 % des protéines de la solution synthétique à la dose de 0,4 g/l .

3.18. Détermination de la surface spécifique d'adsorption (ou indice d'adsorption du bleu de méthylène)

Méthode décrite en annexe

La limite d'acceptation doit être de 300 mg/100g

4. Conservation

Les bentonites doivent être conservées dans des lieux ventilés dans des récipients étanches à l'abri d'éléments volatils qu'elles peuvent adsorber.

ANNEXE

DETERMINATION DE LA SURFACE SPECIFIQUE D'ADSORPTION DE LA BENTONITE

1. Généralités

1.1. But de l'essai

Cet essai permet de mesurer la capacité de la bentonite à adsorber du bleu de méthylène.

Exemplaire certifié conforme Paris, 19 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2003

Le bleu de méthylène étant adsorbé préférentiellement par les argiles, les matières organiques et les hydroxydes de fer, cette capacité rend compte globalement de l´activité de surface de ces éléments.

On appelle «valeur de bleu» de la bentonite, la quantité exprimée en grammes de bleu de méthylène adsorbée par 100 g de bentonite.

1.2. Principe de l´essai

On injecte successivement des doses élémentaires d´une solution de bleu de méthylène dans le bain aqueux contenant la prise d´essai. On contrôle l´adsorption du bleu après chaque ajout, en effectuant une tache sur un papier filtre (test de la tache, voir paragraphe 5).

Pour un simple contrôle de conformité, la quantité de bleu spécifiée est injectée en une seule fois.

2. Appareillage et reactif

2.1. Une burette de capacité 25 ml et de graduation 1/10 ml

2.2. Papier filtre : quantitatif et sans cendres (< 0,010) ; grammage : 95 g/m^2 ; épaisseur : 0,20 mm ; vitesse de filtration 75 ; rétention : 8 micromètres.

2.3. Une baguette de verre : longueur 300 mm ; diamètre 8 mm.

2.4. Un agitateur magnétique et barreau aimanté.

2.5. Solution de bleu de méthylène de qualité médicinale à 10 g/l ± 0,1 g/l La durée maximale d´utilisation de la solution est de un mois. Elle doit être conservée à l'abri de la lumière.

2.6. Eau déminéralisée ou distillée.

3. Preparation de l'echantillon pour essai

Ajouter 10 g de bentonite dans 200 ml d'eau distillée, laisser gonfler pendant 2 heures, puis homogénéiser par agitation.

4. Execution de l'essai

4.1. Définition du test à la tache

Après chaque addition de bleu (voir paragraphe 5.2), ce test consiste à prélever, à l'aide de la baguette de verre, une goutte de suspension que l'on dépose sur le papier filtre.

Exemplaire certifié conforme Paris, 19 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2003

La tache ainsi formée se compose d'un dépôt central de matériau, coloré d'un bleu généralement soutenu, entouré d'une zone humide incolore.

La goutte prélevée doit être telle que le diamètre du dépôt soit compris entre 8 et 12 mm.

Le test est dit positif si, dans la zone humide, apparaît autour du dépôt central une auréole bleu clair persistante. Il est dit négatif si l'auréole est incolore.

4.2. Dosage

A l'aide de la burette, verser 2 ml de solution de bleu dans le récipient contenant les 200 ml de suspension de bentonite maintenue en agitation. Après 2 mn, ajouter une dose de 1 ml de solution de bleu, cette addition étant suivie du test de la tache sur le papier filtre. On laisse s'opérer l'adsorption du bleu, qui n'est pas instantanée, tout en effectuant des tests de minute en minute.

Si l'auréole bleu clair disparaît à la cinquième tache on procède à de nouvelles additions élémentaires de bleu de 0,2 ml, puis de 0,1 ml.

Chaque addition est suivie de tests effectués toujours de minute en minute.

Renouveler ces opérations jusqu'à ce que le test demeure positif pendant cinq minutes consécutives : le dosage est alors considéré comme terminé.

Soit V ml versés

5. Expression des resultats

5.1. Valeur de bleu

La valeur de bleu exprimée en grammes de bleu pour 100 g de bentonite est donnée par la formule :

- $V \times 10$

V étant le volume de bleu de méthylène versé en ml.

5.2. Contrôle de conformité par rapport à une spécification donnée

La spécification est exprimée en valeur de bleu pour 100 g de bentonite, soit *s* cette valeur.

Le volume de la solution de bleu à ajouter en une seule fois à la préparation (4) est alors :

Exemplaire certifié conforme Paris, 19 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2003

- $V = \frac{s}{10}$

Le test de la tache est effectué après huit minutes d'agitation. s'il est négatif, la bentonite est conforme à la spécification.

Exemplaire certifié conforme Paris, 19 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2003