RÉSOLUTION OENO 12/2003

CASEINE

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 :

CASEINES

(Caséine lactique ou aux acides)

Caseina

1. Objet, origine et domaine d'application

La caséine, hétéroprotéine qui contient du phosphore, se trouve dans le lait à l'état de sel calcique.

Elle est obtenue par la coagulation du lait écrémé.

Agent de collage indiqué pour le traitement des oxydations des vins. Elle ne peut être mise en œuvre que dans de l'eau alcalinisée ou additionnée à du carbonate de potassium ou à de l'hydrogénocarbonate de potassium.

La caséine adsorbe les polyphénols, notamment les polyphénols oxydés.

2. Etiquetage

La concentration de la caséine ayant servi à la préparation doit être indiquée sur l'étiquette, y compris en cas de mélange ainsi que les conditions de conservation.

3. Caractères

La caséine se présente en poudre de couleur blanc jaunâtre, amorphe, insoluble dans l'eau pure et les divers solvants organiques. Elle peut présenter une légère odeur lactée. Dans l'eau alcalinisée ou dans les solutions de sels à réaction alcaline, elle se

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

© OIV 2003

gonfle et donne une solution colloïdale : 100 ml d'eau alcalinisée par 1 g d'hydroxyde de potassium ou d'hydroxyde de sodium dissolvent, dans un bain d'eau à 100 °C, 10 g de caséine. Cette solution diluée par 20 fois son volume d'eau est trouble ; elle doit être exempte de grumeaux.

Les caséines dites solubles sont des mélanges de poudre pure et/ou de carbonate de potassium (maximum 25 p. 100), ou d'hydrogénocarbonate de potassium.

Les caséines mises en œuvre en œnologie sont de qualité alimentaire.

4. Caractères d'identité

4.1. La caséine ne précipite pas par chauffage de sa solution alcaline. Cette solution précipite par acidification dès que le pH est inférieur à 5.

4.2. Les cendres de la caséine contiennent des phosphates caractérisés par le réactif nitromolybdique (R).

5. Limites et methodes d'essais

La caséine doit être sans saveur, ni odeur anormale (rance, moisi, putride, etc...).

5.1. Acidité

5.1.1. Principe

Détermination de l'acidité libre dans la caséine par dosage acido-basique d'un extrait aqueux du produit.

5.1.2. Réactifs

- Hydroxyde de sodium 0,1 M
- Phénolphtaléine, solution à 10 g/l dans de l'éthanol

5.1.3. Mode opératoire

Test préalable :

- Homogénéiser le produit en agitant fortement ;
- Passer 50 g de produit sur un tamis (tamis en toile métallique de 200 mm de diamètre, de 500 µm de dimension nominale d'ouverture et muni d'un réceptacle

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

© OIV 2003

(Norme ISO 3310/1) ;

- Si les 50 g de produit passent entièrement utiliser le produit tel quel
- Si les 50 g de produit ne passent pas, broyer le produit jusqu'à ce que la totalité des 50 g passe.

Pendant toutes ces opérations, éviter la modification de la teneur en eau du produit.

Préparation de la solution pour essai :

- Prélever environ 10 g à 10 mg près sur les 50 g passés au tamis, soit m cette masse
- Placer la masse m dans une fiole conique de 250 ml
- Ajouter dans la fiole 200 ml d'eau distillée récemment bouillie et porter à 60 °C
- Agiter la fiole bouchée
- Laisser reposer environ 30 mn sur un bain d'eau à 60 °C en agitant la fiole toutes les 10 mn
- Filtrer

Le filtrat à 20 °C doit être limpide.

Réalisation de l'essai :

- Prélever 100 ml de filtrat
- Placer cette prise d'essai dans une fiole conique de 250 ml
- Ajouter dans la fiole 0,5 ml de solution de phénolphtaléine
- Titrer à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M
- Soit V le volume utilisé.

5.1.4. Calcul

L'acidité libre dans la caséine exprimée en meq/l est égale à :

$$\frac{20.V.T}{m}$$

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

© OIV 2003

- V est le volume, en ml, d'hydroxyde de sodium utilisé
- T est le titre molaire exact de la solution d'hydroxyde de sodium
- m est la masse, en g, de la prise d'essai.

L'acidité, exprimée en acide lactique, devra être inférieure à 1,6 g/l.

5.2. pH

Agiter 10 g de caséine dans 100 ml d'eau pendant quelques minutes. Décanter ; le pH de la solution doit être inférieur ou égal à 5 pour la caséine pure.

5.3. Perte à la dessiccation

Déterminée jusqu'à poids constant, sur une prise d'essai de 2 g, la perte de poids, à 100-105 °C, de la caséine doit être inférieure à 12 p. 100.

Toutes les limites fixées ci-dessous sont rapportées au produit sec.

5.4. Cendres

Incinérer sans dépasser 600 °C le résidu laissé dans la détermination de la perte à la dessiccation.

Le taux de cendres doit être inférieur à 3 p. 100 pour la caséine acide et inférieur à 11% pour le mélange caséine acide et carbonate de potassium ou hydrogénocarbonate de potassium.

5.5. Préparation de la solution pour essais

Après la pesée des cendres, les dissoudre dans 2 ml d'acide chlorhydrique concentré (R) et 10 ml d'eau. Chauffer pour activer la dissolution et ajouter de l'eau jusqu'à obtention d'un volume égal à 25 fois le poids de caséine sèche. 1 ml de cette solution contient les matières minérales de 0,04 g de caséine sèche.

5.6. Fer

Prélever 10 ml de la solution préparée pour essais (5.5), ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique concentré (R), 3 gouttes de solution de peroxyde d'hydrogène à 3 volumes (R) et 2 ml de solution de thiocyanate de potassium à 5 p. 100 (R).

Si une coloration rouge apparaît, elle doit être moins intense que celle d'un témoin préparé avec 8 ml de solution de fer(□□□) à 0,01 g de fer par litre (R), 2 ml d'eau et les mêmes volumes d'acide chlorhydrique concentré (R) et de solution de thiocyanate de

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

© OIV 2003

potassium à 5 p. 100 (R).

La teneur en fer doit être inférieure à 200 mg/kg.

Cette détermination peut également être effectuée par spectrophotométrie d'absorption atomique.

5.7. Plomb

Sur la solution préparée pour essais (5.5), effectuer le dosage du plomb selon la méthode décrite au chapitre II du Codex œnologique international.

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

5.8. Cadmium

Sur la solution préparée pour essais (5.5), effectuer le dosage du cadmium selon la méthode décrite au chapitre II du Codex œnologique international.

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

5.9. Mercure

Effectuer le dosage du mercure à l'aide de la méthode décrite au Chapitre II du Codex œnologique international.

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

5.10. Arsenic

Sur la solution préparée pour essais (5.5), effectuer le dosage de l'arsenic à l'aide de la méthode décrite au Chapitre II du Codex œnologique international.

La teneur en arsenic doit être inférieure à 3 mg/kg.

5.11. Azote total

Introduire environ 0,20 g de caséine exactement pesée dans un matras de minéralisation avec 15 ml d'acide sulfurique concentré (R) et 2 g de catalyseur de minéralisation (R) et poursuivre l'opération selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international.

La teneur en azote total doit être supérieure à 13 p. 100.

5.12. Protéines

La teneur en protéines ne peut être inférieure à 82 p. 100 en poids (azote total 6,38).

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

© OIV 2003

5.13. Matières grasses

Déterminer la teneur en matières grasses par la méthode gravimétrique Schmid-Bondzynski-Ratslaff norme ISO 5543.

La teneur en matières grasses doit être inférieure à 2 p. 100.

5.14. Contrôle bactériologique

Procéder comme il est indiqué au chapitre II du Codex Œnologique international.

Limite : micro-organismes viables totaux : moins de 3×10^4 UFC/g.

5.15. Coliformes

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international.

L'absence doit être contrôlée sur un échantillon de 25 g.

5.16. Staphylocoques

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international.

Le nombre en staphylocoques (ß-hémolytiques à coagulase positive) doit être inférieur ou égal à 1 par g.

5.17. Escherichia Coli

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international.

L'absence doit être contrôlée sur un échantillon de 1 g.

5.18. Salmonelles

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international.

Le nombre de salmonelles doit être inférieur à 1 pour 100 g.

5.19. Levures

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international.

Teneur limite : 10^3 UFC/g de préparation.

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

© OIV 2003

5.20. Bactéries lactiques

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international.

Teneur limite : 10^2 UFC/g de préparation.

5.21. Lactobacillus sp*

Teneur limite : 10 UFC/g de préparation.

5.22. Pediococcus sp.*

Teneur limite : absence dans un échantillon de 10 g de préparation.

5.23. Bactéries acétiques

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international.

Teneur limite : 10^3 UFC/g de préparation.

5.24. Moisissures

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au chapitre II du Codex œnologique international.

Teneur limite : 10^3 UFC/g de préparation.

6. Conservation

La caséine doit être conservée dans des sacs étanches à une température comprise entre 5 et 20°C et avec une humidité relative inférieure à 65 p 100. Sa durée de conservation est de 24 mois.

7. Références

- Norme ISO 5543.

** Méthode à définir ultérieurement*

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

© OIV 2003