

## RÉSOLUTION OENO 13/2003

### GELATINE

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 dans ledit Codex : « **Gélatine** »:

### GELATINE

**Proteinum ossii**

*Gelatina*

#### 1. Objet, origine et domaine d'application

La gélatine est le produit de l'hydrolyse partielle du collagène contenu dans les peaux, le tissu conjonctif et les os des animaux. Elle se présente en plaques, feuilles flexibles, brisures, grains ou poudre incolore ou légèrement jaune brun.

Certaines gélatines sont intentionnellement hydrolysées plus profondément que la gélatine alimentaire habituelle, pour pouvoir être présentées, soit en solutions colloïdales prêtes à l'emploi, soit sous forme de poudre atomisée soluble à froid. Ces produits ne présentent donc pas le caractère de donner des gels avec l'eau.

La structure et le point isoélectrique des protéines des gélatines de peaux de bovins sont différents de celles issues des os et des couennes de porcs.

Compte tenu des données scientifiques disponibles, des normes et des directives internationales, la gélatine doit provenir de sources animales conformes aux recommandations de l'Office international des Epizooties (OIE).

Agent de collage et de clarification des vins, la gélatine réagit avec les tanins des vins ou ajoutés et certains cations en fonction de leur origine, du procédé d'extraction et de leur degré final d'hydrolyse au moment de leur utilisation dans le vin.

Pour une même qualité de gélatine, la qualité de l'hydrolyse et les différents stades d'hydrolyse donneront des produits de comportements très différents au niveau du

collage.

Il n'existe pas de paramètre unique pour caractériser les gélatines en raison de leur diversité.

## **2. Etiquetage**

L'origine de la gélatine alimentaire de base doit être indiquée ainsi que les conditions optimales de conservation, la date limite d'utilisation et la concentration en SO<sub>2</sub>.

## **3. Solubilité**

La gélatine alimentaire de base gonfle dans l'eau froide.

Elle se dissout dans l'eau chaude (80 à 90 °C) et la solution se prend en gelée par refroidissement.

## **4. Limites et méthodes d'essais**

### **4.1. Examen gustatif**

La solution dans l'eau chaude doit être sans odeur ou goût désagréable.

### **4.2. pH**

Déterminer le pH sur la solution à 1 p. 100 maintenue à 40 °C;

Le pH des solutions colloïdales est compris entre 3 et 4

le pH des solutions préparées à partir des produits en poudre ou en grains est compris entre 5 et 7.

### **4.3. Perte à la dessiccation**

#### **4.3.1. Gélatines présentées à l'état solide :**

Dans une capsule de silice de 70 mm de diamètre avec couvercle, placer 2 g de gélatine. Dessécher à l'étuve à 100-105 °C durant 6 heures. Laisser refroidir en capsule couverte et en dessiccateur. Peser. Soit **p** g la quantité de résidu sec ; la perte de poids ne doit pas dépasser 15 p. 100.

#### **4.3.2. Gélatine présentée à l'état liquide :**

Dans une capsule de silice de 70 mm de diamètre, placer environ 10 g de solution colloïdale de gélatine, peser exactement cette quantité en capsule couverte, dessécher

sur bain d'eau à 100 °C durant 4 heures et terminer la dessiccation à l'étuve à 100-105°C durant 3 heures. Laisser refroidir en capsule couverte et en dessiccateur. Peser la quantité de résidu sec. Soit  $p$  g cette quantité; rapporté à 100 g de solution colloïdale, le résidu sec doit atteindre 5 p. 100 au minimum .

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

#### **4.4. Cendres**

Incinérer le résidu sec de l'essai alinéa 4.3 en le chauffant progressivement à 600 °C au four à moufle après avoir saupoudré la gélatine de 0,2 à 0,3 g de paraffine sans cendres destinée à éviter le débordement de la masse.

Le taux de cendres totales ne doit pas être supérieur à 2,0 p. 100.

#### **4.5. Préparation de la solution pour essais**

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

#### **4.6. Fer**

10 ml de solution préparée pour essais (4.5) sont additionnés de 1 ml d'acide chlorhydrique concentré (R), d'une goutte de permanganate de potassium à 1 p. 100 (R) et de 2 ml de thiocyanate de potassium à 5 p. 100 (R).

Si une coloration rouge apparaît, elle doit être inférieure à celle d'un témoin préparé avec 2 ml de solution de fer(III) à 0,010 g par litre (R), 5,2 ml d'eau et les mêmes volumes d'acide chlorhydrique concentré (R) et de thiocyanate de potassium à 5 p. 100 (R).

La teneur en fer doit être inférieure à 50 mg/kg.

Il est également possible de procéder au dosage du fer par spectrophotométrie d'absorption atomique (voir méthode décrite au Chapitre II du Codex œnologique international).

#### **4.7. Chrome**

Dans une fiole conique de 50 ml, placer 10 ml de la solution préparée pour essais (4.5), 1 ml d'une solution de persulfate d'ammonium à 15 p. 100 (R), 0,5 ml d'une solution de nitrate d'argent à 1 p. 100 (R). Chauffer et ajouter goutte à goutte jusqu'à coloration rose persistante du permanganate de potassium en solution à 3 p. 100 (R). Mettre

quelques gouttes en excès et maintenir une douce ébullition pendant 10 minutes. Si, au cours de l'ébullition, la solution se décolore, ajouter du permanganate de potassium. Après 10 minutes, introduire goutte à goutte de l'acide chlorhydrique dilué 1/10 (R) jusqu'à complète décoloration.

Après refroidissement, transvaser dans une fiole jaugée de 20 ml ajouter 2 ml de diphénylcarbazide en solution à 0,05 p. 100 dans l'alcool (R) et fraîchement préparée. Porter à 20 ml.

Si une coloration rouge violacé apparaît, elle doit être inférieure à celle obtenue en traitant 4 ml de solution de dichromate de potassium à 0,001 g de chrome par litre (R) par 2 ml d'acide sulfurique à 5 p. 100 (R), 5 ml d'eau distillée, en ajoutant après mélange 2 ml de solution de diphénylcarbazide à 0,05 p. 100 dans l'alcool (R) et en portant à 20 ml.

La teneur en chrome doit être inférieure à 10 mg/kg.

Il est également possible de procéder au dosage du chrome par spectrophotométrie d'absorption atomique (voir méthode décrite au Chapitre II du Codex œnologique international).

#### **4.8. Cuivre**

2,5 ml de la solution préparée pour essais (4.5), sont placés dans un tube à essais avec 7,5 ml d'eau, 0,5 ml de solution citrique chlorhydrique (R), 1 ml d'hydroxyde d'ammonium 5 M (R), 0,5 ml de réactif au diéthylthiocarbamate de sodium (R). Si une coloration jaune apparaît, elle ne doit pas être plus intense que celle obtenue en ajoutant à 3,5 ml d'une solution de cuivre à 1 mg par litre (R) portés à 10 ml, les mêmes volumes des mêmes réactifs.

La teneur en cuivre doit être inférieure à 30 mg/kg.

Il est également possible de procéder au dosage du cuivre par spectrophotométrie d'absorption atomique (voir méthode décrite au Chapitre II du Codex œnologique international).

#### **4.9. Zinc**

1,25 ml de la solution préparée pour essais (4.5), sont additionnés de 3,75 ml d'eau distillée, 5 ml de solution tampon acétate (R), 1 ml de solution de thiosulfate de sodium à 25 p. 100 (m/v) (R), 5 ml de solution de dithizone à 25 mg par litre dans le dichlorométhane (R). Agiter pendant 2 minutes. Séparer la phase organique ; sa coloration doit être inférieure à celle obtenue en traitant avec les mêmes volumes des mêmes réactifs 2,5 ml de solution de zinc à 1 mg par litre (R).

La teneur en zinc doit être inférieure à 50 mg/kg.

Il est également possible de procéder au dosage du zinc par spectrophotométrie d'absorption atomique (voir méthode décrite au Chapitre II du Codex œnologique international).

#### **4.10. Plomb**

Sur la solution préparée pour essais (4.5), effectuer le dosage à l'aide de la méthode décrite au Chapitre II du Codex œnologique international par spectrophotométrie d'absorption atomique.

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

#### **4.11. Mercure**

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

La teneur en mercure doit être inférieure à 0,15 mg/kg.

#### **4.12. Arsenic**

Effectuer le dosage de l'arsenic à l'aide de la méthode décrite au Chapitre II du Codex œnologique international par spectrophotométrie d'absorption atomique.

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

#### **4.13. Cadmium**

Effectuer le dosage du cadmium à l'aide de la méthode décrite au Chapitre II du Codex œnologique international par spectrophotométrie d'absorption atomique.

La teneur en cadmium doit être inférieure à 0,5 mg/kg.

#### **4.14. Dosage de l'azote total**

Effectuer le dosage de l'azote total à l'aide de la méthode décrite au Chapitre II du Codex œnologique international. L'azote total doit être supérieur à 14 p. 100 du poids de gélatine sèche.

#### **4.15. Dioxyde de soufre**

##### ***Gélatine présentée sous forme sèche***

Le dioxyde de soufre, libéré par un petit excès d'acide phosphorique, est entraîné à l'ébullition sous reflux par un courant d'azote, oxydé et fixé par une solution de peroxyde d'hydrogène, et dosé par acidimétrie en présence de bleu de bromophénol,

selon la méthode de référence du Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts, avec une prise d'essai de 2 g de gélatine solide et sur 10 ml de solution diluée à 10 p. 100 de gélatine.

La teneur en dioxyde de soufre ne doit pas être supérieure à 50 mg/kg.

***Gélatine présentée sous forme de solution colloïdale***

Les formes liquides sont stabilisées avec du SO<sub>2</sub> et ne doivent pas contenir d'alcool benzylique ; la teneur en dioxyde de soufre ne doit pas être supérieure à 4 g/litre.

#### **4.16. Urée**

Effectuer le dosage de l'urée à l'aide de la méthode enzymatique de Boehringer. La teneur doit être inférieure à 2,5 g/kg.

#### **4.17. Contrôle bactériologique**

Procéder comme il est indiqué au Chapitre II du Codex œnologique international .Limite : micro-organismes viables totaux : moins de 104 UFC/g

#### **4.18. Escherichia coli**

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au Chapitre II du Codex Œnologique International

Absence contrôlée sur un échantillon de 1 g.

#### **4.19. Salmonelles**

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au Chapitre II du Codex Œnologique International

Absence contrôlée sur un échantillon de 25 g.

#### **4.20. Coliformes**

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au Chapitre II du Codex Œnologique International

Absence contrôlée sur un échantillon de 1 g.

#### **4.21. Spores de microorganismes d'anaérobies sulfito-réducteurs\***

Absence contrôlée sur un échantillon de 1 g.

#### **4.22. Spores de Clostridium perfringen\***

Absence contrôlée sur un échantillon de 1 g.

#### **4.23. Staphylocoques (*Staphylococcus aureus*)**

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au Chapitre II du Codex Œnologique International

Absence contrôlée sur un échantillon de 1 g.

#### **4.24. Levures**

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au Chapitre II du Codex Œnologique International

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

#### **4.25. Bactéries lactiques totales**

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au Chapitre II du Codex Œnologique International

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

#### **4.26. Bactéries acétiques**

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au Chapitre II du Codex Œnologique International

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

#### **4.27. Moisissures**

Procéder au dénombrement selon la méthode figurant au Chapitre II du Codex Œnologique International

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

### **5. Conservation**

La gélatine solide doit être conservée en récipient clos ou en sac imperméable à l'humidité dans des locaux tempérés.

Les gélatines présentées en solutions colloïdales prêtes à l'emploi peuvent contenir des agents conservateurs autorisés dans les vins et leurs concentrations doivent être mentionnées sur l'étiquette.

\* Méthode à définir ultérieurement par le groupe d'experts « Microbiologie du vin »