RÉSOLUTION OENO 9/2002

CELLULOSE MICROCRISTALLINE

L'ASSEMBLEE GENERALE,

VI 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 d'introduire dans le Codex œnologique international, la monographie existante par la monographie suivante :

CELLULOSE MICROCRISTALLINE

$(C_{12}H_{20}O_{10})$n

N° SIN : 460

1. OBJET, ORIGINE ET DOMAINE D'APPLICATION

La cellulose microcristalline est une cellulose purifiée, partiellement dépolymérisée. Elle est obtenue par traitement avec des acides minéraux de l'alpha-cellulose provenant directement de fibres végétales. Sa masse moléculaire est d'environ 36 000.

La cellulose microcristalline joue un rôle de "support" dans les milieux fermentaires très clarifiés, elle augmente ainsi la fermentescibilité des jus.

2. ETIQUETAGE

La concentration du produit doit être indiquée sur l'étiquette, y compris en cas de mélange ainsi que les conditions de conservation.

3. CARACTERES

La cellulose se présente sous forme de poudre microcristalline de couleur blanche ou sensiblement blanche inodore et sans saveur. Elle est pratiquement insoluble dans l'eau, l'acétone, l'éthanol, le toluène, les acides dilués et dans les solutions d'hydroxyde de sodium à 50 g/l.

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 28 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002

4. IDENTIFICATION

4.1. Sur un verre de montre, placer 10 mg environ de cellulose microcristalline et disperser dans 2 ml de solution de chlorure de zinc iodé (R), la solution se colore en bleu-violet

4.2. Degré de polymérisation

Dans une fiole conique de 125 ml, placer 1,300 g de cellulose microcristalline. Ajouter 25 ml d'eau (R) et 25 ml de solution d'hydroxyde de cuprié thylènediamine 1M. Faire passer immédiatement un courant d'azote, boucher la fiole et agiter jusqu'à dissolution complète. Transvaser 7 ml de la solution dans un viscosimètre capillaire approprié. Chronométrer le temps d'écoulement entre deux graduations du viscosimètre et exprimer en secondes le temps mesuré (t_1). Calculer la viscosité cinématique V_1 de la solution d'après la formule :

- $V_1 = t_1(k_1)$

dans laquelle k_1 est la constante du viscosimètre.

Prélever un volume approprié de solution d'hydroxyde de cuprié thylènediamine 1M et diluer avec le même volume d'eau (R). A l'aide d'un viscosimètre capillaire approprié, déterminer le temps d'écoulement t_2 de cette solution. Calculer la viscosité cinématique V_2 du solvant d'après la formule :

- $V_2 = t_2(k_2)$

dans laquelle k_2 est la constante du viscosimètre.

Déterminer la viscosité relative η_{rel} de l'échantillon de cellulose microcristalline, d'après la formule :

- V_1/V_2

Déterminer la viscosité intrinsèque $[\eta]c$ par extrapolation, en utilisant la table de viscosité intrinsèque en annexe.

Calculer le degré de polymérisation P, d'après la formule :

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 28 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002

- P = 95[]c/m[(100-b)/100]

dans laquelle m est la masse, en grammes de la prise d'essai et b est la valeur obtenue dans l'essai " perte à la dessiccation " en pour cent.

Le degré de polymérisation n'est pas supérieur à 350.

4.3. pH

Agiter pendant 20 minutes environ 5 g de cellulose dans 40 ml d'eau exempte de dioxyde de carbone. Centrifuger.

Le pH du liquide surnageant doit être compris entre 5,0 et 7,5.

4.4. Substances solubles dans l'éther

Dans un tube de verre de diamètre intérieur de 20 mm environ, préparer une colonne de 10,0 g de cellulose microcristalline. Faire passer 50 ml d'éther exempt de peroxydes (R) à travers la colonne et évaporer l'éluat à siccité.

La masse du résidu ne doit pas être supérieure à 5,0 mg (0,05 pour cent).

4.5. Substances solubles dans l'eau

Agiter 5,0 g de cellulose microcristalline avec 80 ml d'eau (R) pendant 10 mn. Filtrer sous vide et recueillir le filtrat dans un vase taré. Evaporer sur bain d'eau à 100° C à siccité et dessécher à 100-105°C pendant 1 heure.

La masse du résidu ne doit pas être supérieure à 12,5 mg (0,25 pour cent).

4.6. Amidon

A 10 g de cellulose microcristalline, ajouter 90 ml d'eau (R) et faire bouillir pendant 5 mn. Filtrer à chaud. Refroidir et ajouter au filtrat 0,1 ml d'iode 0,05 M. Il ne doit pas apparaître de coloration bleue.

4.7. Perte à la dessiccation

Placer 1 g de cellulose dans une capsule tarée pendant 3 heures à l'étuve à 100-105°C. La perte à la dessiccation ne doit pas être supérieure à 6,0 pour cent.

Toutes les limites fixées ci-après se rapportent au produit sec.

4.8. Cendres

Incinérer à 600 ± 25°C le résidu obtenu au point 4.7, pendant 4 heures.

Le poids de cendres ne doit pas être supérieur à 0,1 p. 100.

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 28 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002

4.9. Préparation de la solution pour essais

Après pesée, dissoudre les cendres dans 2 ml d'acide chlorhydrique concentré (R) et 10 ml d'eau (R). Chauffer pour activer la dissolution et compléter à 50 ml avec de l'eau.

4.10. Fer

Sur la solution préparée pour essais (4.9), doser le fer par spectrophotométrie d'absorption atomique, voir méthode décrite au Chapitre II.

La teneur en fer doit être inférieure ou égale à 10 mg/kg.

4.11. Plomb

Sur la solution préparée pour essais (4.9), effectuer le dosage du plomb selon la méthode décrite au Chapitre II.

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

4.12. Mercure

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

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

4.13. Cadmium

Sur la solution préparée pour essais (4.9), effectuer le dosage du cadmium selon la méthode décrite au Chapitre II.

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

4.14. Arsenic

Effectuer le dosage de l'arsenic à l'aide de la méthode décrite au Chapitre II.

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

4.15. Calcium

Sur la solution préparée pour essais (4.9), effectuer le dosage du calcium par spectrophotométrie d'absorption atomique, voir méthode décrite au Chapitre II.

La teneur en calcium doit être inférieure à 500 mg/kg.

5. CONSERVATION

La cellulose doit être conservée dans des lieux ventilés dans des emballages étanches

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 28 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002

à l'abri de substances volatiles qu'elle peut adsorber.

Déclaration du Danemark :

« Lorsqu'il existent des différences dans des spécifications de pureté, des définitions ou des méthodes d'analyse entre l'OIV et les autres organisations intergouvernementales compétentes, comme le Codex Alimentarius ou l'Union Européenne, le Danemark pense que tous les efforts possibles doivent être réalisés pour identifier les raisons de ces différences et pour les atténuer autant que possible, afin d'éviter l'existence de réglementations internationales différentes sur un même sujet. »

TABLE DE VISCOSITÉ INTRINSÈQUE

Viscosité intrinsèque, [□]c, en fonction de la valeur de la viscosité relative, $□_{rel}$

[□]c

$□_{rel}$	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
1,1	0,098	0,106	0,115	0,125	0,134	0,143	0,152	0,161	0,170	0,180
1,2	0,189	0,198	0,207	0,216	0,225	0,233	0,242	0,250	0,259	0,268
1,3	0,276	0,285	0,293	0,302	0,310	0,318	0,326	0,334	0,342	0,350
1.4	0,358	0,367	0,375	0,383	0,391	0,399	0,407	0,414	0,422	0,430
1,5	0,437	0,445	0,453	0,460	0,468	0,476	0,484	0,491	0,499	0.507
1,6	0,515	0,522	0,529	0,536	0,544	0,551	0,558	0,566	0,573	0,580
1,7	0,587	0,595	0,602	0,608	0,615	0,622	0,629	0,636	0,642	0,649
1,8	0,656	0,663	0,670	0,677	0,683	0,690	0,697	0,704	0,710	0,717
1.9	0,723	0,730	0,736	0,743	0,749	0,756	0,762	0,769	0,775	0,782

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 28 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002

2.0	0,788	0,795	0,802	0,809	0,815	0,821	0,827	0,833	0,840	0,846
2.1	0,852	0,858	0,864	0,870	0,876	0,882	0,888	0,894	0,900	0,906
2,2	0,912	0,918	0,924	0,929	0,935	0,94 1	0,948	0,953	0,959	0,965
2,3	0,971	0,976	0,983	0,988	0,994	1,000	1,006	1,011	1,017	1,022
2.4	1,028	1,033	1,039	1,044	1,050	1,056	1,061	1,067	1,072	1,078
2,5	1,083	1,089	1,094	1,100	1,105	1,111	1,116	1,121	1,126	1,131
2,6	1,137	1,142	1,147	1,153	1,158	1,163	1,169	1,174	1,179	1,184
2,7	1,190	1,195	1,200	1,205	1,210	1,215	1,220	1,225	1,230	1,235
2,8	1,240	1,245	1,250	1,255	1,260	1,265	1,270	1,275	1,280	1,285
2,9	1,290	1,295	1,300	1,305	1,310	1,314	1,319	1,324	1,329	1,333
3,0	1,338	1,343	1,348	1,352	1,357	1,362	1,367	1,371	1,376	1,381
3,1	1,386	1,390	1,395	1,400	1,405	1,409	1,414	1,418	1,423	1,427
3,2	1,432	1,436	1,441	1,446	1,450	1,455	1,459	1,464	1,468	1,473
3,3	1,477	1,482	1,486	1,491	1,496	1,500	1,504	1,508	1,513	1,517
3,4	1,521	1,525	1,529	1,533	1,537	1,542	1,546	1,550	1,554	1,558
3,5	1,562	1,566	1,570	1,575	1,579	1,583	1,587	1,591	1,595	1,600
3,6	1;604	1,608	1,612	1,617	1,621	1,625	1,629	1,633	1,637	1,642
3,7	1,646	1,650	1,654	1,658	1,662	1,666	1,671	1,675	1,679	1,683
3,8	1,687	1,691	1,695	1,700	1,704	1,708	1,712	1,715	1,719	1,723

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 28 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002

3,9	1,727	1,731	1,735	1,739	1,742	1,746	1,750	1,754	1,758	1,762
4,0	1,765	1,769	1,773	1,777	1,781	1,785	1,789	1,792	1,796	1,800
4,1	1,804	1,808	1,811	1,815	1,819	1,822	1,826	1,830	1,833	1,837
4,2	1,841	1,845	1,848	1,852	1,856	1,859	1,863	1,867	1,870	1,874
4,3	1,878	1,882	1,885	1,889	1,893	1,896	1,900	1,904	1,907	1,911
4,4	1,914	1,918	1,921	1,925	1,929	1,932	1,936	1,939	1,943	1,946
4,5	1,950	1,954	1.957	1,961	1,964	1,968	1,971	1,975	1,979	1,982
4,6	1,986	1,989	1,993	1,996	2,000	2,003	2,007	2,010	2,013	2,017
4,7	2,020	2,023	2,027	2,030	2,033	2,037	2,040	2,043	2,047	2,050
4,8	2,053	2,057	2,060	2,063	2,067	2,070	2,073	2,077	2,080	2,083
4,9	2,087	2,090	2,093	2,097	2,100	2,103	2,107	2,110	2,113	2,116

5,0	2,119	2,122	2,125	2,129	2,132	2,135	2,139	2,142	2,145	2,148
5,1	2,151	2,154	2,158	2,160	2,164	2,167	2,170	2,173	2,176	2,180
5,2	2,183	2,186	2,190	2,192	2,195	2,197	2,200	2,203	2,206	2,209
5,3	2,212	2,215	2,218	2,221	2,224	2,227	2,230	2,233	2,236	2,240
5,4	2,243	2,246	2,249	2,252	2,255	2,258	2,261	2,264	2,267	2,270
5,5	2,273	2,276	2,279	2,282	2,285	2,288	2,291	2,294	2,297	2,300
5,6	2,303	2,306	2,309	2,312	2,315	2,318	2,320	2,324	2,326	2,329
5,7	2,332	2,335	2,338	2,341	2,344	2,347	2,350	2,353	2,355	2,358

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 28 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002

5,8	2,361	2,364	2,367	2,370	2,373	2,376	2,379	2,382	2,384	2,387
5,9	2,390	2,393	2,396	2,400	2,403	2,405	2,408	2,411	2,414	2,417
6,0	2,419	2,422	2,425	2,428	2,431	2,433	2,436	2,439	2,442	2,444
6,1	2,447	2,450	2,453	2,456	2,458	2,461	2,464	2,467	2,470	2.472
6,2	2,475	2,478	2,481	2,483	2,486	2,489	2,492	2,494	2,497	2,500
6,3	2,503	2,505	2,508	2,511	2,513	2,516	2,518	2,52 1	2,524	2,526
6,4	2,529	2,532	2,534	2,537	2,540	2,542	2,545	2,547	2,550	2,553
6,5	2,555	2,558	2,561	2,563	2,566	2,568	2,571	2,574	2,576	2,579
6.6	2,581	2,584	2,587	2,590	2,592	2,595	2,597	2,600	2,603	2,605
6,7	2,608	2,610	2,613	2,615	2,618	2,620	2,623	2,625	2,627	2,630
6,8	2,633	2,635	2,637	2,640	2,643	2,645	2,648	2,650	2,653	2,655
6,9	2,658	2,660	2,663	2,665	2,668	2,670	2,673	2,675	2,678	2,680
7,0	2,683	2,685	2,687	2,690	2,693	2,695	2,698	2,700	2,702	2,705
7,1	2,707	2,710	2,712	2,714	2,717	2,719	2,721	2,724	2,726	2,729
7,2	2,731	2,733	2,736	2,738	2,740	2,743	2,745	2,748	2,750	2,752
7,3	2,755	2,757	2,760	2,762	2,764	2,767	2,769	2,771	2,774	2,776
7,4	2,779	2,781	2,783	2,786	2,788	2,790	2,793	2,795	2,798	2,800
7,5	2,802	2,805	2,807	2,809	2,812	2,814	2,816	2,819	2,821	2,823
7,6	2,826	2,828	2,830	2,833	2,835	2,837	2,840	2,842	2,844	2,847

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 28 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002

7,7	2,849	2,851	2,854	2,856	2,858	2,860	2,863	2,865	2,868	2,870
7,8	2,873	2,875	2,877	2,879	2,881	2,884	2,887	2,889	2,891	2,893
7,9	2,895	2,898	2,900	2,902	2,905	2,907	2,909	2,911	2,913	2,915
8,0	2,918	2,920	2,922	2,924	2,926	2,928	2,931	2,933	2,935	2,937
8,1	2,939	2,942	2,944	2,946	2,948	2,950	2,952	2,955	2,957	2,959
8,2	2,961	2,963	2,966	2,968	2,970	2,972	2,974	2,976	2,979	2,981
8,3	2,983	2,985	2,987	2,990	2,992	2,994	2,996	2,998	3,000	3,002
8,4	3,004	3,006	3,008	3,010	3,012	3,015	3,017	3,019	3,021	3,023
8,5	3,025	3,027	3,029	3,031	3,033	3,035	3,037	3,040	3,042	3,044
8,6	3,046	3,048	3,050	3,052	3,054	3,056	3,058	3,060	3,062	3,064
8,7	3,067	3,069	3,071	3,073	3,075	3,077	3,079	3,081	3,083	3,085
8,8	3,087	3,089	3,092	3,094	3,096	3,098	3,100	3,102	3,104	3,106
8,9	3,108	3,110	3,112	3,114	3,116	3,118	3,120	3,122	3,124	3,126

9.0	3,128	3,130	3,132	3,134	3,136	3,138	3,140	3,142	3,144	3,146
9.1	3,148	3.150	3,152	3,154	3,156	3,158	3,160	3.162	3,164	3,166
9,2	3,168	3,170	3,172	3,174	3,176	3,178	3,180	3,182	3,184	3,186
9,3	3,188	3,190	3,192	3,194	3,196	3,198	3,200	3,202	3,204	3,206
9,4	3,208	3,210	3,212	3,214	3,215	3,217	3,219	3,221	3,223	3,225

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 28 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002

9,5	3,227	3,229	3,231	3,233	3,235	3,237	3,239	3,241	3,242	3,244
9,6	3,246	3,248	3,250	3,252	3,254	3,256	3,258	3,260	3,262	3,264
9,7	3,266	3,268	3,269	3,271	3,273	3,275	3,277	3,279	3,281	3,283
9,8	3,285	3,287	3,289	3,291	3,293	3,295	3,297	3,298	3,300	3,302
9,9	3,304	3,305	3,307	3,309	3,311	3,313	3,316	3,318	3,320	3,321
10	3,32	3,34	3,36	3,37	3,39	3,41	3,43	3,45	3,46	3,48
11	3,50	3,52	3,53	3,55	3,56	3,58	3,60	3,61	3,63	3,64
12	3,66	3,68	3,69	3,71	3,72	3,74	3,76	3,77	3,79	3,80
13	3,80	3,83	3,85	3,86	3,88	3,89	3,90	3,92	3,93	3,95
14	3,96	3,97	3,99	4,00	4,02	4,03	4,04	4,06	4,07	4,09
15	4,10	4,11	4,13	4,14	4,15	4,17	4,18	4,19	4,20	4,22
16	4,23	4,24	4,25	4,27	4,28	4,29	4,30	4,31	4,33	4,34
17	4,35	4,36	4,37	4,38	4,39	4,41	4,42	4,43	4,44	4,45
18	4,46	4,47	4,48	4,49	4,50	4,52	4,53	4,54	4,55	4,56
19	4,57	4,58	4,59	4,60	4,61	4,62	4,63	4,64	4,65	4,66

Exemplaire certifié conforme Bratislava, 28 juin 2003
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2002