RESOLUTION OENO 17/2000

CODEX OENOLOGIQUE INTERNATIONAL

ANTIMOUSSE
(MONO ET DIGLYCÉRIDES D'ACIDES GRAS)
N° SIN: 471

1. Objet, origine et domaine d'application

On appelle mono et diglycérides le mélange de mono et diesters glycériques d'acides gras - avec une petite quantité de triesters - et d'acides gras des huiles et graisses alimentaires. Le mélange de mono et diglycérides utilisé comme antimousse est essentiellement constitué d'esters de l'acide oléique.

Le produit ainsi défini peut contenir de faibles quantités d'acides gras et de glycérol libre. Son utilisation dans des conditions technologiques convenables ne laisse pas de traces mesurables dans le vin après filtration.

2. Etiquetage

L'étiquetage doit indiquer la composition en mono et diglycérides de la préparation, les conditions de conservation et de sécurité ainsi que la date limite d'utilisation.

3. Caractère

Le produit se présente sous forme soit d'un liquide huileux de couleur jaune paille, soit d'un produit pâteux de couleur ivoire, soit d'un solide cireux dur de couleur blanc ou blanc cassé, d'odeur et de goût agréables. La forme solide peut être présentée en flocons, poudre ou petits grains.

Le produit utilisé comme antimousse est généralement liquide à la température ordinaire mais il peut se troubler à basse température.

4. Solubilité

Insoluble dans l'eau.

Soluble dans l'éthanol, le chloroforme et le benzène.

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

5. Caractères d'identité

5.1. Hydrolyse de l'échantillon

Traiter à reflux 1 g d'échantillon par une solution 0,5 M d'hydroxyde de potassium pendant 1 h. Ajouter 15 ml d'eau, acidifier avec de l'acide chlorhydrique dilué à 30 p. 100 (v/v) (R) (environ 4 à 5 ml). Il se forme des gouttes huileuses ou un précipité blanc à blanc jaunâtre. Extraire par 5 ml d'hexane les acides gras libérés, séparer le solvant. Répéter l'extraction avec 5 ml d'hexane et réunir les deux extraits.

Réserver la phase aqueuse.

5.2. Caractérisation des acides gras dans l'extrait hexanique par chromatographie en phase gazeuse

A titre d'exemple, il est possible d'utiliser une colonne semi polaire de type Carbowax 20M ®. 25 m x 0,32 mm x 0,25 µm d'épaisseur de phase.

5.3. Caractérisation du glycérol

Introduire 5 ml de la phase aqueuse dans un tube à essai. Ajouter un excès d'hydroxyde de calcium en poudre et placer le tube dans l'eau bouillante pendant 5 mn. en agitant de temps en temps, refroidir et filtrer.

Mettre une goutte de filtrat dans un tube à essai et ajouter environ 50 mg d'hydrogénosulfate de potassium. Placer à l'extrémité du tube un papier filtre imbibé de réactif obtenu en mélangeant extemporanément volume à volume une solution de nitrosopentacyanoferrate de sodium (R') et de pipéridine (F'). Chauffer à l'aide d'une petite flamme. Une coloration bleue du papier réactif indique la présence d'acroléine.

La coloration vire au rouge par addition d'hydroxyde de sodium en solution 1 M.

Remarque

Il est également possible de caractériser le glycérol par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) par exemple en utilisant une colonne de silice greffée par des groupement $-NH_2$, une phase mobile eau / acétonitrile, 20 : 80, v/v, et un détecteur par refractométrie.

6. Essais

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

6.1. Perte à la dessiccation à 100 °C

Peser exactement un poids voisin de 5 g de produit à analyser dans un cristallisoir en verre de 70 mm de diamètre, préalablement séché à l'étuve, refroidi dans un dessiccateur et taré. Introduire le cristallisoir contenant le corps gras dans l'étuve réglée à 103°C, l'y maintenir pendant 30 mn, sortir le cristallisoir, le laisser refroidir dans le dessiccateur et peser. Mettre à nouveau l'échantillon 30 mn dans l'étuve et le peser après refroidissement. La perte à l'étuve est terminée quand la diminution de poids ne dépasse pas 0,05 % par demi-heure de chauffage.

La perte à la dessiccation à 100°C doit être inférieure à 2 p. 100.

6.2. Cendres sulfuriques

Les cendres sulfuriques sont déterminées comme il est indiqué en annexe, sur une prise d'essai de 5 g, le poids doit être inférieur à 2 g/kg.

6.3. Arsenic

Déterminé comme il est indiqué en annexe, sur une prise d'essai de 5 g, l'arsenic doit être inférieur à 3 mg/kg.

6.4. Métaux lourds

Procéder à la recherche des métaux lourds :

- soit après minéralisation à 450 °C ± 5°C du résidu laissé par la détermination de la perte à la dessiccation. Reprendre les cendres par 1 ml d'acide chlorhydrique dilué à 10 p. 100 (R) et une goutte d'acide nitrique concentré (R), en chauffant quelques instants sur un bain d'eau à 100°C pour activer la dissolution et transvaser dans une fiole jaugée de 25 ml en rinçant la capsule avec de l'eau distillée. Compléter au trait de jauge.

Prélever un volume v ml de solution correspondant à 2 g d'échantillon à analyser et procéder à la recherche des métaux lourds comme il est indiqué en annexe.

- soit après minéralisation d'une prise d'essai exactement pesée voisine de 5 g par voie liquide au moyen d'acide nitrique concentré (R) et de perhydrol en utilisant éventuellement un digesteur à micro-ondes pour accélérer l'opération.

Transvaser le liquide obtenu dans une fiole jaugée de 25 ml et porter au trait avec les

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

eaux de rinçage. Continuer comme indiqué ci-dessus l'essai des métaux lourds.

La teneur en métaux lourds, exprimée en plomb, doit être inférieure à 10 mg/kg.

6.5. Plomb

Doser le plomb selon la méthode du Recueil sur l'une des deux préparations ci-dessus (6.4). La teneur en plomb doit être inférieure à 5 mg/kg.

6.6. Mercure

Doser le mercure selon la méthode décrite en annexe sur l'une des deux préparations ci-dessus (6.4). La teneur en mercure doit être inférieure à 1 mg/kg.

6.7. Cadmium

Doser le cadmium selon la méthode décrite en annexe sur l'une des deux préparations ci-dessus (6.4). La teneur en cadmium doit être inférieure à 1 mg/kg.

6.8. Acides gras libres

Préparer 125 ml d'un mélange volume à volume d'alcool isopropylique et de toluène; ajouter 2 ml d'une solution de phénolphtaléine à 1 p. 100 (m/v) dans l'alcool isopropylique et neutraliser par une solution alcaline jusqu'à coloration rose faible mais persistante.

Dans une fiole conique de 500 ml, peser exactement un poids voisin de 5 g de l'échantillon à analyser; ajouter le mélange solvant neutralisé et dissoudre la prise d'essai en chauffant si nécessaire; en agitant vigoureusement, verser la solution d'hydroxyde de potassium 0,1 M jusqu'à obtention d'une coloration rose identique à celle obtenue lors de la neutralisation du solvant. Soit n ml le volume versé.

Teneur en acides gras libres exprimée en g d'acide oléique p. 100 (m/m):

$$\frac{n.2{,}8}{prise\ d{,}essai en\ g}$$

La teneur en acides gras libres, exprimée en acide oléique, doit être inférieure à 3 p. 100 (m/m).

6.9. Savons

Dans une fiole conique de 250 ml, peser exactement un poids du produit à analyser voisin de 10 g. Ajouter un mélange de 60 ml d'acétone et de 0,15 ml d'une solution de

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

bleu de bromophénol à 0,5 p. 100 (m/v) dans l'alcool à 95 % vol. préalablement neutralisé avec une solution d'acide chlorhydrique 0,1 M ou une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M. Chauffer doucement sur bain d'eau à 70°C et titrer avec la solution d'acide chlorhydrique 0,1 M jusqu'à disparition de la coloration bleue. Laisser reposer 20 mn. Chauffer jusqu'à ce qu'un éventuel précipité soit redissous et, si la coloration bleue réapparaît, continuer la titration.

1 ml d'acide chlorhydrique en solution 0,1 M correspond à 0,0304 g d'oléate de sodium ($NaC_{18}H_{33}O_2$).

Teneur en savons, exprimée en g d'oléate de sodium p. 100 (m/m) :

$$\frac{n.3{,}04}{prise\ d{,}essai\ en\ g}$$

La teneur en savons, exprimée en g d'oléate de sodium, doit être inférieure à 6 p. 100 (m/m).

6.10. Monoglycérides

6.10.1. Préparation de l'échantillon

Faire fondre l'échantillon s'il est solide en le chauffant à une température inférieure de 10°C à son point de fusion; chauffer également un échantillon liquide qui présenterait un trouble ou des particules. Mélanger vigoureusement.

6.10.2. Mode opératoire

Peser exactement, dans un vase cylindrique de 100 ml, une prise d'essai Q de l'échantillon à doser voisine de 1 g ; la dissoudre par 25 ml de chloroforme. Transférer cette solution dans une ampoule à décantation, rincer le vase cylindrique avec 25 ml de chloroforme, puis avec 25 ml d'eau et joindre ces liquides au contenu de l'ampoule à décantation.

Boucher celle-ci hermétiquement. Agiter pendant 30 à 60 secondes. Laisser les deux phases se séparer (ajouter 1 à 2 ml d'acide acétique cristallisable (R) pour briser l'émulsion). Recueillir la phase aqueuse dans une fiole conique de 500 ml à bouchage émeri. Extraire deux fois par 25 ml d'eau la phase chloroformique restant dans l'ampoule à décanter. Séparer la phase aqueuse et la placer dans la fiole conique de 500 ml. Ces extraits aqueux seront utilisés pour le dosage du glycérol libre.

Le chloroforme est transféré de l'ampoule à décanter dans une fiole conique à

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

bouchage émeri de 500 ml. Ajouter 50 ml de solution acétique d'acide périodique (R') en agitant.

Dans 2 autres fioles coniques de 500 ml à bouchage émeri destinées à servir de "blancs" placer 50 ml de chloroforme et 10 ml d'eau. Ajouter 50 ml de solution d'acide acétique périodique (R') en agitant dans chacune des deux fioles. Laisser reposer au moins pendant 30 mn, mais pas plus de 90 mn, les 3 fioles ainsi préparées.

A chacun de ces récipients, ajouter en agitant doucement 20 ml de solution d'iodure de potassium (R). Laisser au repos au moins 1 min. mais moins de 5 min. avant le titrage.

Ajouter alors 100 ml d'eau et titrer avec une solution 0,05 M de thiosulfate de sodium en s'aidant d'un agitateur magnétique jusqu'à disparition de la couleur brune de la phase aqueuse; ajouter alors 2 ml de solution d'empois d'amidon (R) et continuer l'addition de réactif jusqu'à disparition de l'iode de la couche chloroformique et disparition de la coloration bleue de la phase aqueuse.

6.10.3. Calculer le pourcentage en monoglycérides par la formule :

$$\frac{(B-S).M.17{,}297}{P}$$

- B est la moyenne des volumes, en ml, de solution de thiosulfate de sodium utilisés pour la détermination des blancs contenant le chloroforme.
- S est le nombre de millilitres de solution de thiosulfate de sodium utilisés pour titrer l'échantillon.
- M est la molarité de la solution de thiosulfate de sodium.
- P est le poids d'échantillon à analyser contenu dans le volume de chloroforme utilisé pour le dosage.
- 17,927 est la masse moléculaire du monostéarate de glycéryle divisé par 20.

La teneur en monoglycérides, exprimée en monostéarate de glycéryle, doit être supérieure à 30 p. 100 (m/m).

6.11. Glycérol libre

Les extraits aqueux obtenus lors du dosage des monoglycérides sont additionnés de

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

50 ml de solution acétique d'acide périodique (R'). Préparer simultanément un blanc en ajoutant à 75 ml d'eau placés dans une fiole conique de 500 ml, 50 ml de solution acétique d'acide périodique (R'). Continuer le dosage comme il est indiqué dans le mode opératoire décrit pour le dosage des monoglycérides.

Calculer le pourcentage de glycérol libre par la formule :

$$\frac{(b-S).M.2{,}30}{Q}$$

- b est le volume en ml de thiosulfate de sodium utilisé pour le dosage du blanc contenant 75 ml d'eau.
- S est le volume en ml de thiosulfate de sodium utilisé pour le dosage des extraits aqueux.
- M est la molarité de la solution de thiosulfate de sodium.
- Q est le poids de la prise d'essai initiale de l'échantillon à doser (voir dosage des monoglycérides).

Le glycérol libre doit être inférieur à 7 p. 100 (m/m).

Remarque

Il est également possible de caractériser le glycérol par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) (5.3).

7. Conditionnement

Les antimousses doivent être conservés dans des récipients parfaitement étanches et à l'abri de la chaleur

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000