RESOLUTION OENO 21/2000

CODEX OENOLOGIQUE INTERNATIONAL

CALCIUM (PHYTATE DE)

Inosito-hexaphosphate de calcium

Calcii phytas

$C_6H_6Ca_6O_{24}P_6, 3H_2O$ = 942,11

1. Objet, origine et domaine d'application

Le phytate de calcium est le sel de l'ester hexaphosphorique d'inositol ou acide inositohexaphosphorique ou acide phytique.

Sous forme de sel double de calcium et de magnésium, l'acide phytique constitue la phytine, forme de réserve de phosphore dans les plantes.

Agent complexant du fer(III) autorisé pour éliminer un excès de fer dans les vins, son emploi doit être suivi d'un contrôle rigoureux.

Tout excès de phytate par rapport à la teneur en fer(III) provoque des dépôts dès la moindre oxydation.

2. Etiquetage

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

3. Caractères

Poudre blanche de saveur acidulée, peu soluble dans l'eau, difficilement et incomplètement soluble dans le vin, soluble dans les acides forts dilués.

La solution aqueuse de phytate de calcium présente un caractère acide révélé par le virage de l'indicateur au tournesol, elle donne les réactions du calcium.

4. Essais

4.1. Perte à la dessiccation

Dessécher à l'étuve à 105°C jusqu'à poids constant une prise d'essai voisine de 1 g de

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

© OIV 2000

phytate de calcium. La perte de poids doit être inférieure à 12 p. 100.

Les limites fixées ci-dessous sont rapportées au produit sec.

4.2. Cendres

Incinérer à 550°C environ une prise d'essai voisine de 0,250 g de phytate de calcium ; le résidu ne doit pas être inférieur à 65 p. 100, ni supérieur à 72 p. 100 du produit sec contenu dans la prise d'essai.

4.3. Substances insolubles

Préparer une première solution contenant 1 g de phytate de calcium, 7 ml de solution d'acide chlorhydrique 1M et 93 ml d'eau distillée. D'autre part, préparer une solution contenant 1 g de phytate de calcium avec 50 ml d'eau distillée et 1,5 ml d'acide phosphorique pur (R). Filtrer séparément chacune des solutions ainsi obtenues et Recueillir le dépôt, le laver et le sécher à 100°C. Chaque résidu doit être inférieur à 1 partie pour 100 parties (10g/kg) de produit séché à 105°C.

4.4. Amidon

Ajouter aux résidus obtenus à l'essai précédent 4.3 quelques gouttes d'eau iodée (R) ; il ne doit pas se développer de coloration bleue.

4.5. Sucres

Agiter 3 g de phytate de calcium avec 15 ml d'eau distillée. Filtrer. Le filtrat ne doit pas réduire le réactif cupro-alcalin (R) soit avant, soit après inversion du saccharose.

4.6. Albumine

Dissoudre 1 g de produit dans un mélange de 1 ml d'acide chlorhydrique concentré (R) et de 3 ml d'eau distillée. Ajouter 3 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 30 % (R). Filtrer. Le filtrat additionné d'une goutte de solution de sulfate de cuivre(II) à 4 p. 100 (m/v) ne doit pas donner de coloration violette.

4.7. Préparation de la solution pour essais

Faire macérer une quantité de phytate de calcium contenant 5 g de produit sec avec 100 ml d'acide citrique à 10 g par litre (R) pendant 24 heures en agitant de temps en temps. Filtrer.

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

© OIV 2000

4.8. Fer

A 10 ml de solution préparée pour essais (4.7), ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique concentré (R) et 2 ml de thiocyanate de potassium à 5 p. 100 (R). La coloration obtenue doit être inférieure à celle présentée par un tube témoin préparé avec 2,5 ml de solution à 0,010 g de fer par litre (R), 7,5 ml d'eau distillée, 1 ml d'acide chlorhydrique concentré (R) et 2 ml de thiocyanate à 5 p. 100 (R). (Teneur en fer inférieure à 50 mg/kg).

4.9. Plomb

Sur la solution préparée pour essais (4.7), doser le plomb à l'aide de la méthode décrite au Recueil. (Teneur en plomb inférieure à 5 mg/kg).

4.10. Mercure

Sur la solution préparée pour essais (4.7) doser le mercure à l'aide de la méthode décrite en annexe. (Teneur en mercure inférieure à 1 mg/kg).

4.11. Arsenic

Sur la solution préparée pour essais (4.7), doser l'arsenic à l'aide de la méthode décrite en annexe. (Teneur en arsenic inférieure à 3 mg/kg).

4.12. Phosphates minéraux

Dans une fiole jaugée de 200 ml, introduire 0,50 g de phytate de calcium, ajouter 100 ml d'eau distillée, 5 ml d'acide nitrique concentré (R). Agiter 15 minutes à 20°C et porter le volume à 200 ml avec de l'eau distillée. A l0 ml de cette solution, ajouter 10 ml de réactif nitro-vanadomolybdique (R). Laisser en contact 15 minutes à 20°C ; la coloration ne doit pas être plus intense que celle obtenue en ajoutant à 5 ml d'une solution de phosphate monopotassique contenant 0,05 g de phosphore par litre (R), 5 ml d'eau distillée et 10 ml de réactif nitro-vanadomolybdique (R). (Teneur en phosphates minéraux, exprimée en phosphore, inférieure à 1 p. l00).

4.13. Glycérophosphates

Chauffer 0,50 g de phytate de calcium en présence de sulfate monopotassique ; il ne doit pas se dégager de vapeurs d'acroléine (odeur de corne brûlée).

4.14. Dosage du phosphore total

Peser exactement une prise d'essai de 0,25 g de phytate de calcium préalablement

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

© OIV 2000

desséché à 105°C. L'introduire dans un ballon sur lequel peut s'adapter grâce à un rodage un tube de 8 mm de diamètre et 1 m de long, devant servir de réfrigérant à reflux ; ajouter 5 ml d'acide sulfurique concentré (R) et 0,5 ml d'acide nitrique concentré (R). Porter à ébullition sous reflux pendant un quart d'heure environ. Après refroidissement, transvaser le contenu du ballon dilué avec de l'eau, dans une fiole jaugée d'un litre. Rincer réfrigérant et ballon avec de l'eau en versant ces liquides dans la fiole jaugée et porter au trait de jauge après avoir ramené à 20°C. Agiter.

A 10 ml de cette solution, ajouter 10 ml de réactif nitro-vanadomolybdique (R), agiter dans un bain d'eau à 20°C et laisser reposer durant 15 minutes dans le bain d'eau. La coloration obtenue doit être égale ou supérieure à celle d'un essai de référence préparé dans les mêmes conditions avec 8 ml de solution de phosphate monopotassique à 0,05 g de phosphore par litre (R), 2 ml d'eau et 10 ml de réactif nitro-vanadomolybdique (R).

Le dosage du phosphore total peut être réalisé à l'aide d'un spectrophotomètre à la longueur d'onde de 425 nm, la courbe d'étalonnage étant obtenue à partir de 4-6-8-10 ml de la solution de phosphate monopotassique à 0,05 g de phosphore par litre (R).

Le phytate de calcium doit contenir au minimum 15 p. 100 de phosphore total, rapporté au produit desséché à 105°C.

5. CONSERVATION

Le phytate de calcium doit être conservé à l'abri de l'humidité et dans des récipients hermétiquement clos.

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

© OIV 2000