RÉSOLUTION OIV-OENO 662C-2022

DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ VOLATILE DANS LE JUS DE RAISIN, LE JUS DE RAISIN RECONSTITUÉ, LE JUS DE RAISIN CONCENTRÉ ET LE NECTAR DE RAISIN

Méthode de type IV

L'ASSEMBLÉE GÉNÉRALE,

VU l'article 2, paragraphe iv de l'Accord du 3 avril 2001 portant création de l'Organisation internationale de la vigne et du vin,

SUR PROPOSITION de la Sous-commission « Méthodes d'analyse »,

CONSIDÉRANT qu'il est proposé d'appliquer la méthode OIV-MA-AS313-02 (Acidité volatile) du *Recueil des méthodes internationales d'analyses des vins et des moûts* au jus de raisin, au jus de raisin reconstitué, au jus de raisin concentré et au nectar de raisin,

CONSIDÉRANT qu'une simple dilution doit être faite pour le jus de raisin concentré avant analyse,

DÉCIDE d'introduire la méthode suivante :

DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ VOLATILE DANS LE JUS DE RAISIN, LE JUS DE RAISIN RECONSTITUÉ, LE JUS DE RAISIN CONCENTRÉ ET LE NECTAR DE RAISIN

Méthode de type IV

1. Domaine d'application

La présente méthode s'applique à la détermination de l'acidité volatile dans le jus de raisin, le jus de raisin reconstitué, le jus de raisin concentré et le nectar de raisin par titrage, dans la plage de concentrations de 0,11 g/L à 1,09 g/L d'acide acétique indiquée.

2. Définition

L'acidité volatile résulte des acides appartenant à la série acétique qui se trouvent dans le jus de raisin, le jus de raisin reconstitué, le jus de raisin concentré et le nectar

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

de raisin à son état libre et à son état salifié.

3. Principe

Les acides volatils sont séparés du jus de raisin, jus de raisin reconstitué, jus de raisin concentré* et du nectar de raisin par entraînement à la vapeur d'eau, puis titrés à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium dont la concentration est connue. L'acidité du dioxyde de soufre libre et du dioxyde de soufre combiné distillés dans ces conditions doit être retranchée de l'acidité du distillat. L'acidité de l'acide sorbique qui a pu être ajouté au jus de raisin, au jus de raisin reconstitué, au jus de raisin concentré et au nectar de raisin doit également être retranchée.

Remarque : Une partie de l'acide salicylique utilisé pour stabiliser les jus de raisins avant analyse est présente dans le distillat. Celle-ci doit être déterminée et retranchée de l'acidité comme indiqué à la section 7.3.

4. Réactifs et matériels

4.1. Réactifs

4.1.1. Acide tartrique à 99,5 % ($C_4H_6O_6$) (n° CAS : 87-69-4)

4.1.2. Hydroxyde de sodium (NaOH) (n° CAS : 1310-73-2) solution de 0,1 M

4.1.3. Phénolphtaléine à 98 % ($C_{20}H_{14}O_4$) (n° CAS : 77-09-8)

4.1.4. Acide chlorhydrique à 37 % (HCl) (n° CAS : 7647-01-0)

4.1.5. Iode (I_2) (n° CAS : 7553-56-2) solution de 0,005 M

4.1.6. Iodure de potassium à 99 % (KI) (n° CAS : 7681-11-0)

4.1.7. Amidon $(C_6H_{10}O_5)_n$ (n° CAS : 9005-84-9)

4.1.8. Tétraborate de sodium 99,5 % ($Na_2B4O_7{\cdot}10H_2O$) (n° CAS : 1303-96-4)

4.1.9. Acide acétique 99,8 % (CH□COOH) (n° CAS : 64-19-7)] solution de 0,1 M.

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

4.1.10. Acide lactique 85 % ($C_3H_6O_3$) (n° CAS : 50-21-5)

4.1.11. Chlorure de sodium 99,0 % (NaCl) (n° CAS : 7647-14-5)

4.1.12. Thiosulfate de sodium 99,5 % ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) (n° CAS : 10102-17-7) solution de 0,1 M ou une solution commerciale

4.1.13. Sulfate d'ammonium ferrique 99,0 % ($Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) (n° CAS : 7783-83-7) 10 % (m/v)

4.1.14. Salicylate de sodium 99,5 % ($NaC_7H_5O_3$) (n° CAS : 54-21-7) solution de 0,01 M

4.1.15. Éthanol 96 % (C_2H_6O) (n° CAS : 64-17-5)

4.1.16. Eau de type 1 (EN ISO 3696) ou équivalente ultra pure

4.2. Préparation des solutions

4.2.1. Solution de phénolphtaléine 1 % m/v

Mélanger 1 g de phénolphtaléine (4.1.3) dans 100 mL d'éthanol (4.1.15).
Une solution commerciale peut être utilisée.

4.2.2. Solution d'indicateur d'amidon 5 g/L

Délayer 5 g d'amidon (4.1.7) dans 500 mL d'eau environ (4.1.16). Porter au point d'ébullition en agitant continuellement et maintenir l'ébullition pendant 10 min. Ajouter 200 g de chlorure de sodium (4.1.11). Porter à 1 L d'eau après refroidissement (4.1.16).

4.2.3. Solution saturée de tétraborate de sodium soit environ 55 g/L

Mélanger 55 g de tétraborate de sodium (4.1.8) dans 1 Ld'eau (4.1.16).

4.2.4. Acide lactique solution de 1 M-90 g/L

Diluer 100 mL d'acide lactique (4.1.10) dans 400 mL d'eau (4.1.16). Placer par exemple cette solution dans une capsule d'évaporation et la chauffer pendant 4 heures au-dessus d'un bain d'eau bouillant, en complétant de temps en temps le volume avec de l'eau (4.1.16) . Porter à 1 L d'eau après refroidissement (4.1.16). Titrer l'acide lactique dans 10 mL avec une solution d'hydroxyde de sodium (4.1.2). Ajuster la concentration d'acide lactique (solution pour 90 g/L).

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

5. Appareillage

5.1. Appareil d'entraînement à la vapeur d'eau, composé :

- d'un générateur de vapeur d'eau (la vapeur d'eau produite doit être exempte de dioxyde de carbone),
- d'un barboteur,
- d'une colonne rectificatrice,
- d'un réfrigérant.

Cet appareil doit répondre aux trois essais suivants :

(a) Placer dans le barboteur 20 mL d'eau distillée exempte de CO_2. Recueillir 250 mL de distillat et les additionner de 0,1 mL de solution d'hydroxyde de sodium (4.1.2) et de deux gouttes de la solution de phénolphtaléine (4.2.1). La coloration rose doit être stable pendant au moins 10 secondes (indiquant que la vapeur d'eau est exempte de dioxyde de carbone).

(b) Placer dans le barboteur 20 mL de solution d'acide acétique (4.1.9). Recueillir 250 mL de distillat et titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.1.2) et deux gouttes de solution de phénolphtaléine (4.2.1). Le volume versé doit être au moins égal à 19,9 mL (acide acétique entraîné par la vapeur □ 99,5 %).

(c) Placer dans le barboteur 20 mL de solution d'acide lactique (4.2.4). Recueillir 250 mL de distillat et titrer l'acidité avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.1.2) et deux gouttes de solution de phénolphtaléine (4.2.1). Le volume de solution d'hydroxyde de sodium (4.1.2) versé doit être inférieur ou égal à 1,0 mL (acide lactique distillé □ 0,5 %).

Tout appareil (automatique ou non) ou toute technique qui satisfait à ces essais répond aux exigences des appareils ou techniques internationales officielles.

5.2. Matériel volumétrique

5.3. Balance analytique vérifiée et étalonnée

5.4. Pipettes jaugées de 10 et 20 mL

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

5.5. Burette jaugée

5.6. Bain d'eau

6. Mode opératoire

6.1. Préparation de l'échantillon

Pour éliminer le CO_2 des jus de raisin gazéifiés :

mettre environ 50 mL de jus de raisin, de jus de raisin reconstitué ou de nectar de raisin dans une fiole à vide ; appliquer le vide dans ladite fiole avec la pompe à eau pendant une à deux minutes tout en agitant continuellement. D'autres systèmes d'élimination du CO_2 peuvent être utilisés si l'élimination du CO_2 est garantie.

6.2. Entraînement à la vapeur d'eau

Placer 20 mL de jus de raisin, jus de raisin reconstitué, jus de raisin concentré* ou nectar de raisin dans le barboteur. Ajouter 0,5 g environ d'acide tartrique (4.1.1). Recueillir au moins 250 mL de distillat.

* Le jus de raisin concentré doit être dilué (200 g dans 500 mL, par exemple) et le résultat multiplié par le facteur de dilution (F = 2,5 pour l'exemple donné).

6.3. Titrage

Titrer par la solution d'hydroxyde de sodium (4.1.2) en présence de deux gouttes de solution de phénolphtaléine (4.2.1) comme indicateur ; soit n le volume de solution d'hydroxyde de sodium (4.1.2) employé (en mL). Ajouter 4 gouttes d'acide chlorhydrique (4.1.4) dilué au 1:4 (v/v) dans l'eau (4.1.16), 2 mL d'empois d'amidon (4.2.2) et quelques cristaux d'iodure de potassium (4.1.6). Titrer le dioxyde de soufre libre par la solution d'iode (4.1.5) ; soit n' le volume employé (en mL). Ajouter la solution saturée de tétraborate de sodium (4.2.3) jusqu'à réapparition de la coloration rose. Titrer le dioxyde de soufre combiné par la solution d'iode (4.1.5) ; soit n" le volume employé (en mL).

7. Calcul (Résultats)

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

7.1. Méthode de calcul

L'acidité volatile, exprimée en milliéquivalents par litre avec une décimale, sera :

$$5(n - 0.1n' - 0.05n)$$

L'acidité volatile, exprimée en grammes d'acide acétique par litre avec deux décimales, sera :

$$0.30(n - 0.1n' - 0.05n'')$$

n = volume (mL) de solution d'hydroxyde de sodium (4.1.2) utilisé

n' = volume (ml) de solution d'iode (4.1.5) utilisé pour le titrage du dioxyde de soufre libre

n" = volume (mL) de solution d'iode (4.1.5) utilisé pour le titrage du dioxyde de soufre combiné

Remarque : Dans le cas du jus de raisin concentré, multiplier le résultat par le facteur de dilution (F).

7.2. Échantillons contenant de l'acide sorbique

L'acide sorbique étant entraînable à la vapeur d'eau à 96 % pour un volume de distillat de 250 mL, son acidité doit être retranchée de l'acidité volatile, sachant que 100 mg d'acide sorbique correspondent à une acidité de 0,89 milliéquivalents ou de 0,053 g d'acide acétique et connaissant la teneur en acide sorbique (mg/L), déterminée par ailleurs.

7.3. Échantillons contenant de l'acide salicylique

7.3.1. Identification de l'acide salicylique dans le distillat d'acidité volatile

Immédiatement après avoir déterminé l'acidité volatile et la correction correspondant au dioxyde de soufre libre et combiné, verser dans une fiole conique (erlenmeyer) 0,5 mL d'acide chlorhydrique (4.1.4), 3 mL de la solution de thiosulfate de sodium (4.1.12) et 1 mL de celle de sulfate d'ammonium ferrique (4.1.13). Si de l'acide salicylique est présent, une coloration violette apparaît.

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

7.3.2. Détermination de l'acide salicylique

Sur l'erlenmeyer mentionné ci-dessus, indiquer le volume du distillat en y faisant une marque de référence. Vider et rincer l'erlenmeyer. Soumettre un nouvel échantillon test de 20 mL de jus de raisin, de jus de raisin reconstitué, de jus de raisin concentré (cf. point 6.2) ou de nectar de raisin au processus d'entraînement à la vapeur d'eau puis recueillir le distillat dans l'erlenmeyer jusqu'à la marque de référence. S'assurer que le même volume de distillat est collecté qu'au point 7.3.3. Ajouter 0,3 mL d'acide chlorhydrique (4.1.4) et 1 mL de la solution de sulfate d'ammonium ferrique (4.1.13). Le contenu de l'erlenmeyer vire au violet. Dans un erlenmeyer identique à celui portant la marque, verser de l'eau distillée (4.1.16) jusqu'au même niveau que le distillat. Ajouter 0,3 mL d'acide chlorhydrique (4.1.4) et 1 mL de la solution de sulfate d'ammonium ferrique (4.1.13). Titrer l'eau distillée dans l'erlenmeyer avec une solution de salicylate de sodium (4.1.14) jusqu'à ce que la coloration violette obtenue soit de la même intensité que celle dans l'erlenmeyer contenant le distillat. Soit n" le volume de solution versé depuis la burette (en mL).

7.3.3. Correction de l'acidité volatile

Soustraire le volume 0,1 x n"' (en mL) du volume *n* (en mL) de solution d'hydroxyde de sodium (4.1.2) utilisée pour titrer l'acidité du distillat lors de la détermination de l'acidité volatile.

8. Caractéristiques indicatives de la méthode

La méthode a fait l'objet d'une étude de validation avec du jus de raisin afin d'évaluer sa pertinence pour les matrices en question, en tenant compte de la linéarité, des limites de détection et de quantification, et de l'exactitude de la méthode. Ce dernier paramètre a été déterminé en définissant le niveau de fidélité et de justesse de la méthode.

8.1. Linéarité de la méthode

La méthode s'est révélée linéaire pour la plage allant de 0,11 g/L à 1,09 g/L indiquée dans le tableau 1.

8.2. Limite de détection et limite de quantification

La limite de détection (LD) et la limite de quantification (LQ) ont été calculées à partir de sept répétitions analytiques d'une solution aqueuse de 0,11 g/L d'acide acétique, et sont égales à trois fois l'écart type pour la LD et dix fois l'écart type pour la LQ (tableau

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

1).

8.3. Fidélité de la méthode

Les paramètres pris en considération sont la répétabilité et la reproductibilité. Le tableau 1 indique les valeurs de ces paramètres. La répétabilité est exprimée par les écarts types relatifs (RSD%) des mesures répétées avec différentes concentrations relevées sur le jus de raisin. La reproductibilité est exprimée par la moyenne des écarts types relatifs (RSD%) des mesures réalisées sur le même échantillon de jus de raisin par différents opérateurs.

8.4. Justesse de la méthode

Le pourcentage de recouvrement a été déterminé en utilisant un échantillon de jus de raisin dopé avec six concentrations différentes d'acide acétique, allant de 0,11 g/L à 1,09 g/L.

Tableau 1. Caractéristiques de la méthode

Plage de linéarité (g/L) de l'acide acétique	Coefficient de corrélation (r^2)	LD (g/L) de l'acide acétique	LQ (g/L de l'acide acétique	Répétabilité (n=7) RSD%	Reproductibilité (n=7) RSD%	Recouvrement moyen (%)
0,11-1,09	0,9905	0,09	0,16	2,75	3,15	103,63

9. Bibliographie

1. OIV. Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts. Méthode OIV-MA-AS313-02:R2015.
2. BS EN ISO 3696, Eau pour laboratoire à usage analytique -. Spécification et méthodes d'essai, 1995.

Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022