

RESOLUTION OIV/OENO 404/2010

DOSAGE DE LA CARBOXYMETHYLCELLULOSE (Gomme de cellulose CMC) DANS LES VINS BLANCS

L'ASSEMBLÉE GÉNÉRALE

VU l'article 2 paragraphe 2 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 des méthodes d'analyse,

DECIDE sur proposition de la Commission II "Oenologie" d'introduire la méthode suivante au « *Recueil des méthodes internationales d'analyse* »:

DOSAGE DE LA CARBOXYMETHYLCELLULOSE (GOMME DE CELLULOSE ,CMC) DANS LES VINS BLANCS

Type de méthode : IV

1. Introduction

La carboxyméthylcellulose (CMC, gomme de cellulose) est un polymère dérivé de la cellulose naturelle, utilisé couramment depuis de nombreuses années en tant qu'additif alimentaire (INS 466) dans des produits tels que les crèmes glacées ou les plats cuisinés [1], pour leur donner de l'onctuosité. L'utilisation de CMC dans les vins blancs et les vins mousseux en vue de participer à leur stabilisation tartrique [2] a été récemment admise par l'OIV dans la résolution Oeno 2/2008 sous réserve que la dose additionnée au vin soit inférieure à 100 mg/l. Une méthode de dosage spécifique de la CMC dans le vin blanc a donc été développée à partir de la méthode de H.D Graham publiée en 1971 [3].

2. Domaine d'application

La méthode s'applique aux vins blancs (tranquilles et mousseux).

3. Principe

Une fois la CMC isolée du vin par dialyse, elle est hydrolysée en milieu acide pour former de l'acide glycolique qui est ensuite dégradé pour former du formaldéhyde. Le

2,7-Dihydroxynaphtalène (DHN) est ajouté pour former le 2,2,7,7-tetrahydroxydinaphtylmethane en présence de formaldéhyde. Le complexe formé développe une couleur violacée sous l'action de l'acide sulfurique concentré, à 100°C, permettant une mesure colorimétrique à 540nm. (figure 1)

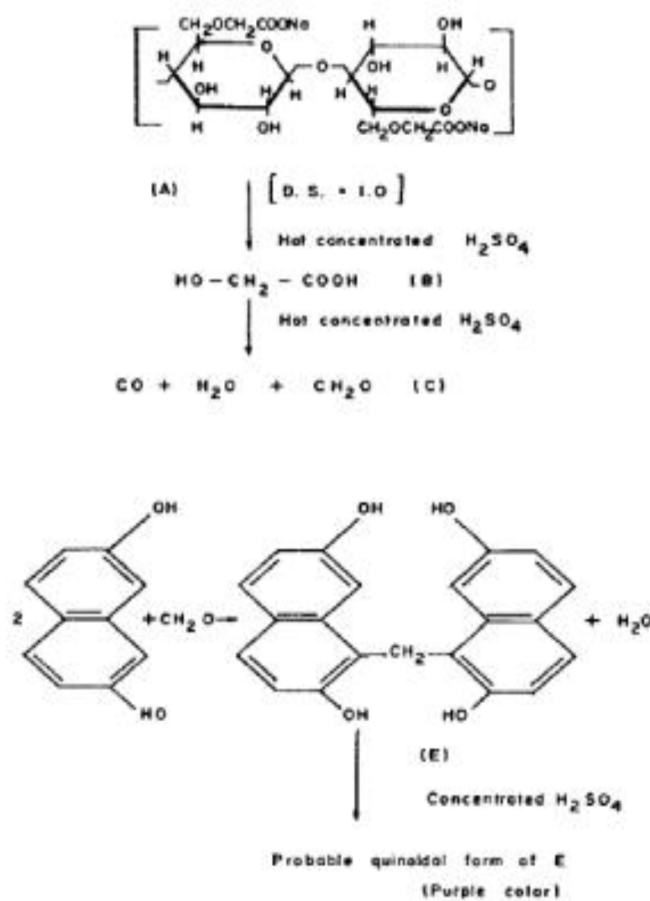


Figure1 : Mécanisme de réaction de la CMC avec le DHN dans l'acide sulfurique concentré chaud (Feigl, 1966)

Probable forme quinoidol de E

H₂SO₄ concentré

(couleur pourpre)

4. Réactifs

- Carboxyméthylcellulose sodique [N° CAS:9004-32-4] - viscosité moyenne 400-1000 mPa.s, degré de substitution 0,60-0,95)
- 2,7-Dihydroxynaphtalène [N° CAS 582-17-2] (pureté > 98,0% - CLHP)
- Acide sulfurique concentré à 95%
- Eau purifiée pour laboratoire, (par exemple de qualité EN ISO 3696)

5. Matériel

- Verrerie de laboratoire
- Membrane de dialyse (6000 à 8000 Da)
- Bain Thermostaté
- Spectrophotomètre UV-Visible double faisceau

6. Mode opératoire

6.1. Préparation du réactif

- Mettre 50 mg DHN pesé au mg près dans une fiole jaugée de 100mL
- Ajouter l'acide sulfurique concentré jusqu'au trait de jauge
- Placer la fiole jaugée au bain thermostaté à 28°C pendant 4h (sans agiter)
- Transvaser le réactif, après chauffage, dans un flacon brun et le stocker au réfrigérateur à 4°C

6.2. Préparation des échantillons de vin

- Introduire 20mL de vin préalablement dégazé dans la membrane de dialyse
- Placer la membrane de dialyse contenant le vin dans un ballon de 6 litres rempli d'eau distillée
- Laisser dialyser 24h en effectuant 2 changements d'eau de dialyse

6.3. Réaction colorée

- Mettre 1mL de vin dialysé dans un tube à essais
- Ajouter 9mL de réactif
- Placer le tube à essais au bain thermostaté à 100°C pendant 2h
- Analyser la solution colorée au spectrophotomètre UV-Visible à 540nm et lire la valeur de l'absorbance

6.4. Calcul de la teneur en CMC du vin

- Reporter la valeur de l'absorbance lue en 6.3 sur une droite d'étalonnage obtenue à partir d'un vin (figure 2).

7. Caractéristiques de la méthode

Certains éléments de validation interne ont été déterminés mais il ne s'agit pas d'une validation formelle selon le protocole pour la planification, la conduite et l'interprétation des études de performances des méthodes d'analyse (OIV 6/2000)

7.1. Linéarité de la réponse

Un vin blanc a été additionné de quantités croissantes de CMC comprises entre 0 et 100 mg/L, puis dialysé et traité dans les conditions définies dans le mode opératoire ci-dessus. La réponse est linéaire dans le domaine de concentrations étudié (figure 2).

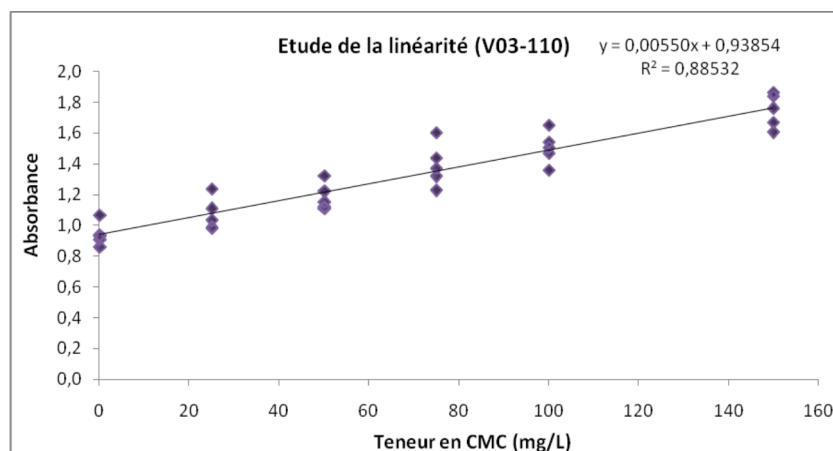


Figure 2 : Linéarité du dosage de la CMC dans un vin blanc

7.2. Répétabilité

La répétabilité du dosage de la CMC dans les vins blancs a été déterminée à partir des résultats obtenus sur 22 échantillons de vins analysés 2 fois de suite, de façon à être dans des conditions identiques. Les résultats sont donnés dans le tableau 1.

	valeurs calculées
répétabilité	
écart-type	0,075
CV en %	7,2 %
limite r	0,21
limite r en %	20 %

Tableau 1: Répétabilité du dosage de la CMC dans les vins blancs

7.3. Reproductibilité

La reproductibilité du dosage de la CMC dans les vins blancs a été déterminée en analysant le même vin blanc traité à la CMC 12 fois à différentes dates. Les résultats sont donnés dans le tableau 2.

	valeurs calculées
réproductibilité	
écart-type	0,082
CV en %	9,6 %
limite R	0,23
limite R en %	27 %

Tableau 2 : Reproductibilité du dosage de la CMC dans les vins blancs

7.4. Spécificité

La spécificité du dosage de la CMC a été vérifiée en ajoutant dans des vins blancs des quantités connues de CMC. Les taux de récupération mesurés sont donnés dans le tableau 3.

Echantillon	Teneur ajoutée (mg/l)	Teneur retrouvée (mg/l)	Taux de récupération
Vin 1	50	33	66 %
Vin 1	50	51	102 %
Vin 1	50	24	77 %
Vin 2	75	78	104 %
Vin 2	75	90	121 %
Vin 2	75	69	92 %
Vin 3	100	109	109 %
Vin 3	100	97	97 %
Vin 3	100	103	103 %
Vin 4	150	163	109 %

Vin 4	150	149	100 %
Vin 4	150	159	106 %

Tableau 3 : Spécificité du dosage de la CMC dans les vins blancs

7.5. Limites de détection et de quantification

Les limites de détection (LD) et de quantification (LQ) ont été calculées à partir du vin non traité analysé 10 fois. La limite de détection ainsi déterminée est de 14 mg/l et la limite de quantification est de 61 mg/l.

La méthode permet donc de détecter une addition de CMC dans un vin blanc à partir de 20 mg/l et de quantifier cet ajout au-delà de 60 mg/l, ce qui n'est pas très satisfaisant mais reste compatible avec la dose maximale autorisée de 100 mg/l.

7.6. Incertitude

L'incertitude a été calculée à 3 niveaux de concentration (25, 75 et 150 mg/l) à partir des résultats d'analyse de vins traités par la CMC, en utilisant l'écart-type de reproductibilité. L'incertitude obtenue est de 40 mg/l quelle que soit la teneur en CMC.

8. Bibliographie

1. Règlement (CE) N° 1333/2008 du 16 décembre 2008 sur les additifs alimentaires.
2. Stabilisation tartrique des vins par la carboxyméthylcellulose - Bulletin de l'OIV 2001, vol 74, n°841-842, p151-159.
3. Determination of carboxymethylcellulose in food products - H.D Graham, Journal of food science 1971, p 1052-1055.