

RESOLUTION OENO 4/2006

DOSAGE DE L'ACIDE SORBIQUE DANS LES VINS PAR ELECTROPHORESE CAPILLAIRE

L'ASSEMBLEE GENERALE

VI 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 et d'appréciation des vins,

DECIDE de compléter l'annexe A du Recueil International des méthodes d'analyse par la méthode de type IV suivante:

Titre	Type de Méthode
Dosage de l'acide sorbique dans les vins par électrophorèse capillaire	IV

1. Domaine d'application

La présente méthode permet de doser l'acide sorbique dans les vins dans une gamme de 0 à 300 mg/l.

2. Principe

La charge négative de l'ion sorbate permet de le séparer efficacement par électrophorèse capillaire. En sortie de colonne, la détection est effectuée dans l'ultraviolet à 254 nm.

3. Réactifs et produits

3.1. Réactifs

3.1.1. Dihydrogénophosphate de sodium [10049-21-5] pureté > 96%

3.1.2. Hydrogénophosphate de sodium [10028-24-7] pureté > 99%

3.1.3. Hydroxyde de sodium [1310-73-2] pureté > 97%

3.1.4. Hippurate de sodium [532-94-5] pureté > 99%

3.1.5. Eau déminéralisée (< 15 MOHMS) ou bidistillée

3.2. Solution tampon de migration

Le tampon de migration est constitué d'une solution aqueuse de :

Dihydrogénophosphate de sodium (3.1.1) 5 mM

Hydrogénophosphate de sodium (3.1.2) 5 mM

3.3. Standard interne

Hippurate de sodium (3.1.4) en solution aqueuse à 0.5 g.L⁻¹.

3.4. Solutions de rinçage

3.4.1. Hydroxyde de sodium (3.1.3) N/10

3.4.2. Hydroxyde de sodium (3.1.3) N

4. Préparation des échantillons

Les échantillons de vin sont préparés selon le schéma suivant qui entraîne une dilution au 1/20 :

Vin à analyser : 0.5 ml

Hydroxyde de sodium (3.1.3) N/10 : 0.5 ml

Standard interne (3.1.4) à 0.5 g.L⁻¹ : 0.5 ml

qsp 10 ml avec de l'eau déminéralisée (3.1.5)

5. Conditions opératoires

5.1. Conditionnement du capillaire

Avant sa première utilisation, et dès que les temps de migration augmentent, le capillaire doit être conditionné selon le processus suivant :

5.1.1. Rinçage avec une solution d'hydroxyde de sodium 1N (3.4.2) sous 20 psi (140 kPa) pendant 8 mn.

5.1.2. Rinçage avec une solution d'hydroxyde de sodium (3.4.1) 0.1 N sous 20 psi (140 kPa) pendant 12 mn

5.1.3. Rinçage à l'eau (3.1.5) sous 20 psi (140 kPa) pendant 10 mn

5.1.4. Rinçage au tampon de migration (3.2) sous 20 psi (140 kPa) pendant 30 mn

5.2. Conditions de migration

Ces conditions peuvent éventuellement être sujettes à de légères modifications en fonction de l'appareillage utilisé.

5.2.1. Le capillaire en silice fondue est de 31 cm de longueur, avec un diamètre de 50 microns.

5.2.2. Température de migration : 25 °C

5.2.3. Longueur d'onde de lecture : 254 nm.

5.2.4. Lecture du signal en mode direct (l'acide sorbique absorbe dans l'UV).

5.2.5. Premier prérinçage sous pression à 30 psi (210 kPa) avec une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N (3.4.1) pendant 30 secondes

5.2.6. Deuxième prérinçage sous pression à 30 psi (210 kPa) au tampon de migration (3.2) pendant 30 secondes.

5.2.7. L'injection se fait sous pression de 0,3 psi (2,1 kPa) pendant 10 secondes.

5.2.8. La migration dure environ 1,5 à 2 minutes sous une différence de potentiel de + 25 kV, en polarité normale (cathode à la sortie).

5.2.9. Certains appareils d'électrophorèse capillaire proposent des vials de grande contenance pour les solutions tampon de migration. Ceci est préférable lorsque plusieurs analyses sont réalisées à la suite, car les propriétés électrolytes se conservent plus longtemps.

5.3. Lecture des résultats

Les pics d'absorption du standard interne et de l'acide sorbique sont obtenus en moyenne 1 à 1,5 minutes après le début de la phase de migration sous tension. Le temps de migration est assez constant, mais peut légèrement varier en fonction de l'état du capillaire. En cas de dégradation du temps de migration, un reconditionnement du capillaire est nécessaire, et si les conditions nominales ne sont pas rétablies, le capillaire doit être remplacé.

6. Caractéristiques de la méthode

Les différentes étapes de validation interne décrites ont été effectuées selon la résolution OIV OENO 10/2005.

6.1. Répétabilité intralaboratoire

Écart type de répétabilité S_r	1,6 mg.L ⁻¹
Répétabilité r	4,6 mg.L ⁻¹

6.2. Linéarité

Droite de régression	$Y = 0,99491 X + 2,52727$
Coefficient de corrélation r	0,9997
Écart type résiduel S_{xy}	1,6 mg.L ⁻¹
Écart type pente S_b	0,008 mg.L ⁻¹

6.3. Reproductibilité intralaboratoire

Écart type de reproductibilité S_R	2,1 mg.L ⁻¹
Reproductibilité R	5,8 mg.L ⁻¹

6.4. Limites de détection et de quantification

Limite de détection L_d	1,8 mg.L ⁻¹
Limite de quantification L_q	4,8 mg.L ⁻¹

6.5. Robustesse

La méthode étant relative, les éventuelles légères variations des conditions d'analyse

n'auront pas d'influence sur le résultat final, mais auront essentiellement des influences sur le temps de migration.

6.6. Spécificité de la méthode

L'éventuelle influence des principaux additifs œnologiques a été testée. Aucun n'entraîne une modification des résultats.

6.7. Raccordement de la méthode à la méthode de référence OIV

La méthode de référence OIV est le dosage par spectrométrie d'absorption dans l'ultraviolet. L'acide sorbique, extrait par entraînement à la vapeur d'eau, est dosé dans le distillat du vin par spectrométrie d'absorption dans l'ultraviolet à 256 nm.

6.7.1. Comparaison des répétabilités

	Électrophorèse capillaire	Méthode de référence OIV
Écart type de répétabilité S_r	1,6 mg.L ⁻¹	2,5 mg.L ⁻¹
Répétabilité r	4,6 mg.L ⁻¹	7,0 mg.L ⁻¹

6.7.2. Justesse de la méthode usuelle par rapport à la méthode de référence

Coefficient de corrélation r	0,999
Biais moyen M_d	0,03 mg.L ⁻¹
Écart type biais moyen S_d	3,1 mg.L ⁻¹
Z-score (M_d / S_d)	0,01