RÉSOLUTION OIV-OENO 662G-2025

DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ TOTALE DANS LE JUS DE RAISIN, LE JUS DE RAISIN RECONSTITUÉ, LE JUS DE RAISIN CONCENTRÉ ET LE NECTAR DE RAISIN PAR TITRAGE

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 spécifique pour l'analyse du sucre de raisin (moûts de raisin concentrés rectifiés) OIV-MA-F1-05 (« Acidité totale ») du *Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts* au jus de raisin concentré,

CONSIDÉRANT qu'il est proposé d'appliquer la méthode OIV-MA-AS313-01 (« Acidité totale ») du *Recueil des méthodes internationales d'analyses des vins et des moûts* au jus de raisin, au jus de raisin reconstitué et au nectar de raisin,

DÉCIDE d'introduire la méthode suivante :

DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ TOTALE DANS LE JUS DE RAISIN, LE JUS DE RAISIN RECONSTITUÉ, LE JUS DE RAISIN CONCENTRÉ ET LE NECTAR DE RAISIN PAR TITRAGE

1. Domaine d'application

La présente méthode décrit un protocole analytique pour la détermination de l'acidité totale dans le jus de raisin, le jus de raisin reconstitué, le jus de raisin concentré et le nectar de raisin dans la plage située entre 12,6 meq/L et 145,7 meq/L

2. Définition

L'acidité totale du jus de raisin, du jus de raisin reconstitué, du jus de raisin concentré et du nectar de raisin correspond à la somme des acidités titrables lorsqu'on amène le pH à 7,0 par addition d'une solution alcaline titrée.

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

Le dioxyde de carbone n'est pas compris dans l'acidité totale.

3. Principe

Titrage potentiométrique ou titrage en présence de bleu de bromothymol comme indicateur de fin de réaction par comparaison à un étalon de coloration.

Remarque : Il convient de privilégier le titrage potentiométrique, étant donné qu'il s'agit d'une approche plus durable.

4. Réactifs et matériaux

4.1. Réactifs

4.1.1. Phosphate monopotassique (KH_2PO_4), n° CAS : 7778-77-0

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

4.1.3. Phtalate acide de potassium ($C_8H_5KO_4$), n° CAS : 877-24-7

4.1.4. Bleu de bromothymol ($C_{27}H_{28}Br_2O_5S$), n° CAS : 76-59-5

4.1.5. Éthanol neutre 96 % v/v (C_2H_5OH), n° CAS : 64-17-5

4.1.6 .Eau purifiée de laboratoire ou qualité équivalente conforme à la norme EN ISO 3696

4.2. Préparation des solutions

4.1.7. Solution tampon pH 7,0 (1 L)

Phosphate monopotassique (4.1.1) : 107,3 g

Solution d'hydroxyde de sodium à 1 M (4.1.2) : 500 mL

Eau (4.1.6) q.s.p. :1000 mL

4.1.8. Solution tampon pH 4,0 (1 L)

Phtalate acide de potassium (4.1.3) : 10,211 g

Remarque : D'autres solutions tampon d'étalonnage peuvent être utilisées, en fonction des pH des matrices à analyser. Des solutions tampon d'étalonnage du commerce, traçables au SI, peuvent également être utilisées.

4.1.9. Solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 M (1 L)

Solution d'hydroxyde de sodium à 1 M (4.1.2) : 100 mL

Eau (4.1.6) q.s.p. : 1000 mL

4.1.10. Solution indicatrice de bleu de bromothymol à 4 g/L (1 L)

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

Bleu de bromothymol (4.1.4) : 4 g

Alcool neutre 96 % v/v (4.1.5) : 200 mL

Après solubilisation ajouter :

Eau (4.1.6) : 200 mL

Solution d'hydroxyde de sodium (4.1.2) à 1 M q.s.p. obtenir une coloration bleu-vert (pH 7,0), environ : 7,5 mL

Eau (4.1.6) q.s.p. : 1000 mL

Remarque : Des solutions commerciales peuvent être utilisées pour l'ensemble des solutions décrites.

5. Appareillage

5.1. Potentiomètre à échelle étalonnée en unités pH et électrodes

5.2. Trompe à vide

5.3. Fiole à vide de 500 mL

5.4. Béchers de 250 mL et 600 mL ou autres récipients appropriés

5.5. Pipettes volumétriques de 10 mL

5.6. Pipettes volumétriques de 50 mL

5.7. Burettes

5.8. Agitateur

5.9. Balance d'une précision de 0,1 mg

6. Mode opératoire

6.1. Préparation de l'échantillon

6.1.1. Pour le jus de raisin concentré

Préparer une solution de jus concentré à 40 % m/m. Par exemple, introduire 200 g de jus concentré exactement pesé dans un bécher de 600 mL. Compléter à 500 g avec de l'eau (4.1.6). Homogénéiser (facteur de dilution : F = 2,5).

6.1.2. Pour le jus de raisin, le jus de raisin reconstitué et le nectar de raisin gazéifiés

Placer environ 50 mL d'échantillon dans une fiole à vide. Faire le vide au moyen de la trompe à vide en agitant continuellement pendant 1 à 2 minutes. D'autres systèmes d'élimination de CO_2 peuvent être utilisés si l'élimination est garantie.

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

6.2. Titrage potentiométrique

6.2.1. Étalonnage du pH mètre

Étalonner le pH mètre de manière à ce qu'il soit adapté à l'objectif de la méthode.

6.2.2. Méthode de mesure

Dans un bécher (5.4), placer 10 mL d'échantillon préparé comme indiqué en 6.1.2 ou 50 mL d'échantillon préparé comme indiqué en 6.1.1. Ajouter environ 10 mL environ d'eau distillée (4.1.6) sans CO_2 et procéder au titrage avec la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 M (4.2.3) en l'introduisant avec une burette jusqu'à ce que le pH soit égal à 7,0 à 20 °C. L'addition de la solution d'hydroxyde de sodium doit être faite lentement et la solution constamment agitée. Soit *n* le volume d'hydroxyde de sodium à 0,1 M additionné en mL.

Remarque : Des ajustements du volume peuvent être réalisés pour permettre l'utilisation de titreurs automatiques.

6.3. Titrage avec indicateur (bleu de bromothymol)

6.3.1. Essai préalable : établissement de l'étalon de coloration

Dans un bécher (5.4), placer 25 mL d'eau (4.1.6), 1 mL de solution de bleu de bromothymol (4.2.4) et 10 mL d'échantillon préparé comme indiqué en 6.1.2 ou 50 mL d'échantillon préparé comme indiqué en 6.1.1. Ajouter la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 M (4.2.3) jusqu'à obtention d'une coloration bleu-vert. Ajouter 5 mL de la solution tampon pH 7 (4.2.1).

6.3.2. Dosage

Dans un bécher (5.4), placer 30 mL d'eau (4.1.6), 1 mL de solution de bleu de bromothymol (4.2.4) et 10 mL d'échantillon préparé comme indiqué en 6.1.2. ou 50 mL d'échantillon préparé comme indiqué en 6.1.1. Ajouter la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 M (4.2.3) jusqu'à obtention d'une coloration identique à celle obtenue de l'essai préalable (6.3.1.). Soit *n* le volume de solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 M ajouté en mL.

7. Calculs et expression des résultats

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

7.1. Mode de calcul pour le jus de raisin concentré

- Acidité totale exprimée en milliéquivalents par kilogramme (meq/kg) de jus concentré :

A = (1000 × *n* × M/v) × F
A = 5 × *n*
n = volume (mL) de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 M utilisé
M = molarité de l'hydroxyde de sodium (0,1 M)
v = volume de l'échantillon (50 mL)
F = facteur de dilution (2,5)

- Acidité totale exprimée en milliéquivalents par kilogramme (meq/kg) de sucres totaux :

A = (500 × *n*)/P
P = teneur pour 100 (m/m) en sucres totaux
n = volume (mL) de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 M utilisé
Les résultats sont donnés avec une décimale.

7.2. Mode de calcul pour le jus de raisin, le jus de raisin reconstitué et le nectar de raisin

- Acidité totale exprimée en milliéquivalents par litre (meq/L) :

A = 10 × *n*
n = volume (mL) de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 M utilisé
Les résultats sont donnés avec une décimale.

- Acidité totale exprimée en grammes d'acide tartrique par litre :

A' = 0,075 × A
A = acidité totale exprimée en milliéquivalents par litre (meq/L)
Les résultats sont donnés avec deux décimales.

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

- Acidité totale exprimée en grammes d'acide sulfurique par litre :

A' = 0,049 × A

A = acidité totale exprimée en milliéquivalents par litre (meq/L)

Les résultats sont donnés avec deux décimales.

8. Caractéristiques de la méthode

L'approche de titrage potentiométrique a fait l'objet d'une étude de validation afin d'évaluer la fidélité de cette méthode.

8.1. Fidélité de la méthode

Les paramètres pris en considération sont la répétabilité (r) et la fidélité intermédiaire (FI). La répétabilité a été exprimée comme l'écart-type de répétabilité (S_r) de 21 mesures dans un jus de raisin rouge. La fidélité intermédiaire (FI) a été exprimée comme l'écart-type (S_{FI}) de 15 mesures dans le même échantillon de jus de raisin rouge à des dates différentes. Le tableau 1 indique les valeurs de ces paramètres.

Tableau 1. Caractéristiques de la méthode

Plage de linéarité (meq/L)	Coefficient de corrélation (r^2)	Écart-type de répétabilité (S_r) (meq/L)	Écart-type de fidélité intermédiaire (S_{FI}) (meq/L)
12,6-145,7	0,9994	0,8	2,1

9. Bibliographie

1. OIV, Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts. Méthode OIV-MA-F1-05 (pour le jus de raisin concentré).
2. OIV, Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts. Méthode OIV-MA-AS313-01 (pour le jus de raisin, le jus de raisin reconstitué et le nectar de raisin).
3. BS EN ISO 3696, Eau pour laboratoire à usage analytique - Spécification et

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

méthodes d’essai, 1995.

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025