

Laboratoire d'Électrochimie Appliquée

Responsable: Prof. Massimo Innocenti

Via della Lastruccia 3 - 50019 Sesto Fiorentino (Florence - FI) Italie

Tél +39 055 4573102

e-mail minnocenti@unifi.it



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
FIRENZE

DIPARTIMENTO
DI CHIMICA
"UGO SCHIFF"

Évaluation de la corrélation entre les résultats obtenus
avec CDR WineLab[®] et les méthodes officielles



Index

INTRODUCTION	4
1.1 But	4
1.2 Sistema de análisis CDR WineLab®	4
1.2.1 Analyseur	4
1.2.2 Pipette	4
1.2.3 Réactifs.....	5
1.3 Échantillons.....	5
2. DÉTERMINATION DE L'ACIDE ACÉTIQUE	6
2.1. L'acide acétique dans le vin.....	6
2.2 Évaluation de la précision de la méthode	7
2.3 Évaluation de la répétabilité et de la reproductibilité de la méthode.....	8
3 DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ TOTALE.....	9
3.1 L'acidité totale dans le vin.....	9
3.2 Évaluation de la précision de la méthode	10
3.3 Évaluation de la répétabilité et la reproductibilité de la méthode.....	12
4 DÉTERMINATION DE L'ACIDE L-MALIQUE	14
4.1 L'acide malique dans le vin	14
4.2 Évaluation de la précision du système	14
4.3 Évaluation de la répétabilité et reproductibilité du système.....	16
5 DÉTERMINATION DU CONTENU D'ACIDE LACTIQUE	17
5.1 L'acide lactique dans le vin	17
5.2 Évaluation de la précision de la méthode	18
5.3 Évaluation de la répétabilité et reproductibilité de la méthode.....	20
6 DÉTERMINATION DU CONTENU D'ALCOOL	21
6.1 L'alcool dans le vin.....	21
6.2 Évaluation de la précision de la méthode	22
6.3 Évaluation de la répétabilité et de la reproductibilité de la méthode.....	24
7 DÉTERMINATION SO ₂ TOTAL	25
7.1 SO ₂ dans le vin	25
7.2 Évaluation de la précision de la méthode	26
7.3 Évaluation de la répétabilité et de la reproductibilité de la méthode.....	28



8 DÉTÉRMINATION DE L'ANHYDRIDE SULFUREUX LIBRE.....	29
8.1 SO ₂ libre dans le vin	29
8.2 Évaluation de la précision de la méthode.....	30
8.3 Évaluation de la répétabilité et reproductibilité de la méthode	31
9 DÉTÉRMINATION DES SUCRES	32
9.1 Les sucres fermentescibles dans le vin	32
9.2 Évaluation de la précision de la méthode.....	33
9.3 Évaluation de la répétabilité et reproductibilité de la méthode.....	34
10 IPT (Indice Polyphénols Totaux)	36
10.1 L'indice des polyphénols totaux dans le vin	36
10.2 Évaluation de la précision de la méthode.....	37
10.3 Évaluation de la répétabilité de la méthode.....	38
11 CONCLUSIONS.....	39
Bibliographie.....	40

INTRODUCTION

1.1 But

Évaluation de la corrélation entre les résultats obtenus avec CDR WineLab® et les méthodes officielles fournies par l'OIV (Organisation Internationale de la Vigne et du Vin) sur les paramètres suivants :

- Acide acétique
- Acidité totale
- Acide L-Malique
- Acide L-Lactique
- Alcool
- SO₂ total
- SO₂ libre
- Sucres
- IPT (Indice Polyphénols Totaux)

Afin de vérifier la présence d'une corrélation entre les données, le coefficient de corrélation de Pearson a été utilisé (R^2).

1.2 Sistema de análisis CDR WineLab®

Le système d'analyse CDR WineLab® se compose d'un analyseur basé sur la technologie photométrique, d'une pipette dédiée et de tubes de réactifs jetables préremplis, spécialement développés par les laboratoires de recherche CDR.

CDR WineLab® fait partie de la gamme de systèmes d'analyse CDR FoodLab® qui permet de déterminer de nombreux paramètres chimiques dans divers produits alimentaires.

1.2.1 Analyseur

L'analyseur est fourni avec des cellules de lecture équipées de systèmes d'incubation thermostatés à 37° C et d'émetteurs LED à longueur d'onde fixe dont la puissance permet de lire des absorbances jusqu'à 6 D.O.

L'instrument permet d'effectuer simultanément plusieurs analyses sur un même échantillon ou l'analyse d'un même paramètre sur 16 échantillons différents en parallèle. L'analyseur est fourni pré-calibré et ne nécessite pas de calibrage supplémentaire.

Caractéristiques du système utilisé pour cette étude :

- CDR WineLab®: n° 671
- Année de production: 2019

1.2.2 Pipette

Avec le système d'analyse CDR WineLab®, une pipette de 10-100 µL et une de 50 µL sont fournies pour permettre de prélever les volumes requis dans toutes les analyses effectuées.

1.2.3 Réactifs

Les réactifs utilisés dans cette étude sont fournis par CDR en kits de 10 tests prêts à l'emploi.

À l'intérieur de chaque kit, spécifique à une analyse particulière, se trouvent 10 tubes jetables contenant le **réactif prérempli et les éventuels réactifs à ajouter dans le tube pour l'application spécifique.**

1.3 Échantillons

La comparaison des résultats obtenus avec le système d'analyse CDR WineLab® et la méthode de référence a été effectuée sur 22 échantillons de vins commerciaux de diverses origines fournis par la société CDR.

Les échantillons de vins blancs, rouges et rosés analysés ont été choisis pour représenter la variété des cépages cultivés en Italie.

	Type de vin	Provenance	Couleur
Échantillon 1	Chardonnay	Sicile	Blanc
Échantillon 2	Viognier	Sicile	Blanc
Échantillon 3	Pinot gris	Haut-Adige	Blanc
Échantillon 4	Müller Thurgau	Trentin	Blanc
Échantillon 5	Pinot Blanc	Italie	Blanc
Échantillon 6	Tavernello	Italie	Blanc
Échantillon 7	Vermentino	Sardaigne	Blanc
Échantillon 8	Trebbiano del Rubicone	Émilie-Romagne	Blanc
Échantillon 9	Lagrein	Haut-Adige	Rosé
Échantillon 10	Negroamaro	Salent	Rosé
Échantillon 11	Tavernello	Italie	Rouge
Échantillon 12	Montecucco	Toscane	Rouge
Échantillon 13	Cannonau	Sardaigne	Rouge
Échantillon 14	Chianti	Toscane	Rouge
Échantillon 15	Merlot	Sicile	Rouge
Échantillon 16	Dolcetto d'Alba	Piémont	Rouge
Échantillon 17	Cabernet	Vénétie	Rouge
Échantillon 18	Syrah	Sicile	Rouge
Échantillon 19	BIO V132	Toscane	Rouge
Échantillon 20	BIO S21	Toscane	Rouge
Échantillon 21	Vermentino	Toscane	Blanc
Échantillon 22	Trebbiano	Toscane	Blanc

Tableau 1.1 : Caractéristiques des vins analysés

2. DÉTERMINATION DE L'ACIDE ACÉTIQUE

2.1. L'acide acétique dans le vin

La quantité d'acide acétique présente dans le vin, exprimée en g/L, est définie comme l'acidité volatile. Il s'agit d'un paramètre chimique qui doit être soigneusement contrôlé tout au long du processus de vinification, car sa concentration est une indication de la santé des raisins, du déroulement de la fermentation et de l'état de conservation du produit. Son contenu est donc lié à la qualité du vin.

Un excès d'acidité volatile, détecté lors de la dégustation, est suffisant pour juger négativement un vin et constitue donc un paramètre soumis à des limites maximales établies par la loi. En particulier, les limites fixées par le règlement UE 1493/99, sauf dérogations pour certains produits (pour les vins soumis à un long vieillissement en fûts et pour les vins de liqueur issus de pourriture noble), sont de 1,08 g/L d'acide acétique pour les vins blancs et rosés et de 1,2 g/L pour les vins rouges.

L'acide acétique peut être formé en petites quantités, comme sous-produit de la fermentation alcoolique et malolactique, mais dans ces cas, l'acidité volatile reste inférieure à 0,7 g/L, une concentration qui n'interfère pas avec le goût.

En revanche, une augmentation plus importante de l'acide acétique dans le vin est souvent l'œuvre de bactéries, les Acétobacter, qui provoquent le fameux "pic acétique". La formation d'acidité volatile se produit dans un environnement oxydant où, grâce à l'oxygène atmosphérique, ces bactéries acétiques aérobies transforment l'alcool éthylique en acide acétique et en eau. L'indice est la phase initiale de l'acescence, une maladie très grave qui rend le vin impropre à la consommation.

Les bactéries acétiques sont présentes partout : sur les raisins, dans les caves, sur les murs, dans le sol et dans le bois même des conteneurs vides. Même si la contamination est limitée au maximum, le vin, surtout s'il n'est pas sulfité, en contient un certain nombre. Il est donc essentiel de placer les vins dans des conditions où le développement des bactéries est le plus limité possible.

L'utilisation de levures non sélectionnées augmente également la possibilité de pourcentages considérables d'acidité volatile, en particulier lorsqu'elle est associée à des raisins mal dotés en levures et en substances azotées. En effet, la combinaison de ces conditions rend le risque de départs manqués ou d'arrêts de fermentation élevé, ce qui pourrait provoquer une augmentation de l'acidité volatile. Lors des arrêts de fermentation, lorsque l'activité des levures cesse avant la consommation totale des sucres, les bactéries lactiques anaérobies deviennent actives et peuvent utiliser ces sucres dans leur métabolisme pour produire de l'acide acétique (pic lactique).

L'acide acétique peut également se retrouver dans le moût si les raisins ne sont pas dans un état de santé optimal. La présence de bactéries et de levures lactiques est favorisée par des conditions particulières telles que la pourriture aigre et les attaques parasitaires qui, en lacérant la peau des raisins, favorisent leur développement. En raison de ces altérations, la fermentation des sucres peut commencer involontairement, avec la formation d'acide acétique. Pour toutes ces raisons, l'acide acétique est fréquemment déterminé en cave : avant le soutirage, avant chaque transvasement et avant la mise en bouteille.

L'acidité volatile est déterminée sur un distillat du vin obtenu par distillation à la vapeur. Ce distillat est ensuite titré avec du NaOH 0,1 N en utilisant la phénolphthaléine comme indicateur, selon la méthode OIV-MA-AS313-02.

Il est également possible d'utiliser l'HPLC pour la détermination simultanée des acides organiques selon la méthode OIV-MA-AS3 13-04 et cela permet également la quantification de l'acide acétique.

2.2 Évaluation de la précision de la méthode

La précision de la méthode développée par CDR est évaluée en déterminant la corrélation entre les résultats de l'analyse de 22 échantillons de vin (Tableau 1.1) obtenus avec CDR WineLab® et ceux obtenus avec la méthode HPLC (Chromatographie Liquide à Haute Performance), comme requis par la méthode de référence OIV-MA-AS3 13-04.

	Acide Acétique (g/L)	
	WineLab®	Référence
Échantillon 1	0,29	0,22
Échantillon 2	0,23	0,16
Échantillon 3	0,28	0,24
Échantillon 4	0,15	0,16
Échantillon 5	0,40	0,38
Échantillon 6	0,15	0,17
Échantillon 7	0,45	0,47
Échantillon 8	0,20	0,16
Échantillon 9	0,22	0,2
Échantillon 10	0,28	0,26
Échantillon 11	0,49	0,42
Échantillon 12	0,49	0,48
Échantillon 13	0,38	0,39
Échantillon 14	0,39	0,37
Échantillon 15	0,71	0,72
Échantillon 16	0,46	0,43
Échantillon 17	0,44	0,41
Échantillon 18	0,68	0,69
Échantillon 19	0,39	0,36
Échantillon 20	0,33	0,28
Échantillon 21	0,24	0,25
Échantillon 22	0,15	0,15

Tableau 2.1: Résultats d'Acide Acétique obtenus avec CDR WineLab® et avec la méthode de référence

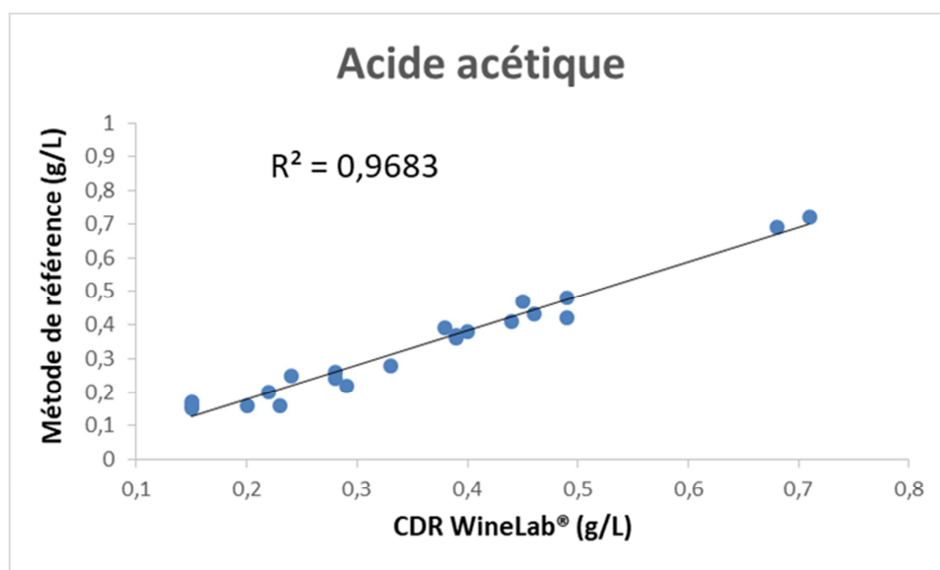


Figure 2.1: Corrélation entre CDR WineLab® et méthode de référence

Les deux méthodes résultent liées ($R^2 = 0,9683$).

2.3 Évaluation de la répétabilité et de la reproductibilité de la méthode

La répétabilité et la reproductibilité de la méthode CDR WineLab® ont été évaluées en analysant deux solutions différentes de TITRIVIN, solutions de référence certifiées pour les laboratoires d'œnologie.

On a notamment choisi TITRIVIN AA1 (lot n° A 03171222 1) dont la valeur d'acide acétique déclarée par le fabricant est de $0,28 \pm 0,04$ g/L (l'incertitude est exprimée avec un facteur de couverture $k=2$) et TITRIVIN AA4 (lot n° A 03171222 4) dont la valeur d'acide acétique est de $0,72 \pm 0,05$ g/L. Le choix des deux étalons a été fait afin de tester la répétabilité de la méthode à la fois pour des valeurs faibles et élevées d'acide acétique. Pour chaque norme, 5 analyses consécutives ont été effectuées, en répétant le test pendant 5 jours différents.

Les données obtenues sont rapportées ci-dessous :

TITRIVIN AA1:

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	0,32	0,31	0,32	0,32	0,31
	0,33	0,30	0,32	0,33	0,33
	0,32	0,32	0,30	0,33	0,30
	0,31	0,32	0,32	0,32	0,30
	0,31	0,31	0,32	0,31	0,31
Moyenne	0,32	0,31	0,32	0,32	0,31
Déviatión standard	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01

Tableau 2.2. Résultats d'acide acétique obtenus de l'analyse de TITRIVIN AA1 avec CDR WineLab®



Nbre total analyses	Valeur min. (g/L)	Valeur max. (g/L)	Moyenne (g/L)	Déviati on standard (g/L)
25	0,30	0,33	0,32	0,01

Tableau 2.3: Reproductibilité de la mesure de l'acide acétique obtenue de l'analyse de TITRIVIN AA1 avec CDR WineLab®

TITRIVIN AA4:

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	0,73	0,75	0,73	0,73	0,73
	0,72	0,75	0,75	0,75	0,75
	0,74	0,74	0,74	0,74	0,70
	0,72	0,73	0,76	0,75	0,73
	0,72	0,74	0,72	0,72	0,70
Moyenne	0,73	0,74	0,74	0,74	0,72
Déviati on standard	0,01	0,01	0,02	0,01	0,02

Tableau 2.4. Résultats d'acide acétique obtenus de l'analyse de TITRIVIN AA4 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (g/L)	Valeur max. (g/L)	Moyenne (g/L)	Déviati on standard (g/L)
25	0,70	0,76	0,73	0,02

Tableau 2.5: Reproductibilité de la mesure de l'acide acétique obtenue de l'analyse de TITRIVIN AA4 avec CDR WineLab®

La valeur moyenne de l'acide acétique mesurée dans TITRIVIN AA1 est de 0,32 g/L \pm 0,02 g/L et de 0,73 g/L \pm 0,04 g/L dans TITRIVIN AA4. La valeur obtenue avec le CDR WineLab® est rapportée avec une incertitude de mesure exprimée comme une incertitude étendue à un intervalle de confiance de 95% avec un facteur de couverture k=2.

Le système CDR WineLab® donne une valeur conforme à la norme et démontre une bonne répétabilité et reproductibilité dans la détermination de l'acide acétique.

3 DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ TOTALE

3.1 L'acidité totale dans le vin

L'acidité totale comprend tous les acides fixes (tartrique, malique, succinique, lactique, citrique) et les acides volatils (acide acétique mais aussi de petites quantités d'acides propionique, butyrique, formique) présents dans les moûts ou dans les vins; les acidité dérivant de CO₂ et SO₂ ne sont pas comprises.

Les substances acides se forment naturellement pendant la maturation des raisins et pendant les processus de fermentation. Dans les bonnes proportions, ils sont essentiels pour donner au vin un caractère distinct en termes de goût, mais aussi pour assurer sa conservation dans le temps car l'acidité influence la stabilité microbiologique et oxydative.

L'acidité donne de la fraîcheur au vin, influence sa couleur, son parfum et, en équilibre avec les

Laboratoire d'Électrochimie Appliquée

Responsable: Prof. Massimo Innocenti

Via della Lastruccia 3 - 50019 Sesto Fiorentino (Florence - FI) Italie

Tél +39 055 4573102

e-mail minnocenti@unifi.it



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
FIRENZE

DIPARTIMENTO
DI CHIMICA
"UGO SCHIFF"

saveurs sucrées et sèches des autres composants, contribue au goût du produit final ; une acidité trop élevée rend le vin acide, une acidité trop faible le rend plat et insipide.

La teneur en acide total varie dans le temps en raison de l'instabilité naturelle du vin et il n'y a pas de coïncidence entre l'acidité du moût et l'acidité du vin car, lors du passage du moût au vin, différents acides seront consommés et produits en raison de l'activité microbologique des levures et des bactéries.

L'analyse de l'acidité totale est donc utile pour contrôler le bon déroulement de la fermentation, prévenir et/ou vérifier l'apparition d'altérations et évaluer le bon fonctionnement de toutes les phases de la production du vin afin d'effectuer d'éventuels ajustements.

Pour ces raisons, dans le processus de production d'un vin, l'acidité totale est l'une des analyses œnologiques les plus importantes et les plus fréquentes.

L'acide tartrique étant généralement présent en plus grande quantité, l'acidité totale est conventionnellement exprimée en g/L d'acide tartrique et est généralement déterminée par titrage manuel avec une base forte (NaOH 1 N) en utilisant le bleu de bromothymol comme indicateur.

3.2 Évaluation de la précision de la méthode

La précision de la méthode développée par CDR est évaluée en déterminant la corrélation entre les résultats de 22 échantillons de vin (Tableau 1.1) obtenus par analyse à l'aide du CDR WineLab® et ceux obtenus selon la méthode de référence OIV-MA-AS313-01 R2015 par 5.2.



Acidité totale (g/L d'acide tartrique)

	WineLab®	Référence
Échantillon 1	5,5	5,5
Échantillon 2	5,8	5,5
Échantillon 3	4,9	4,8
Échantillon 4	5,6	5,3
Échantillon 5	4,7	4,7
Échantillon 6	5,6	5,4
Échantillon 7	4,6	4,8
Échantillon 8	5,0	5,2
Échantillon 9	5,4	5,2
Échantillon 10	5,5	5,4
Échantillon 11	5,3	5,1
Échantillon 12	5,7	5,5
Échantillon 13	5,5	5,3
Échantillon 14	5,0	5,0
Échantillon 15	6,0	5,9
Échantillon 16	4,9	4,7
Échantillon 17	4,6	4,9
Échantillon 18	6,0	6,1
Échantillon 19	4,9	4,9
Échantillon 20	4,5	4,4
Échantillon 21	4,6	4,6
Échantillon 22	6,5	6,2

Tableau 3.1: Résultats de la mesure d'acidité totale obtenus avec CDR WineLab® et avec la méthode de référence

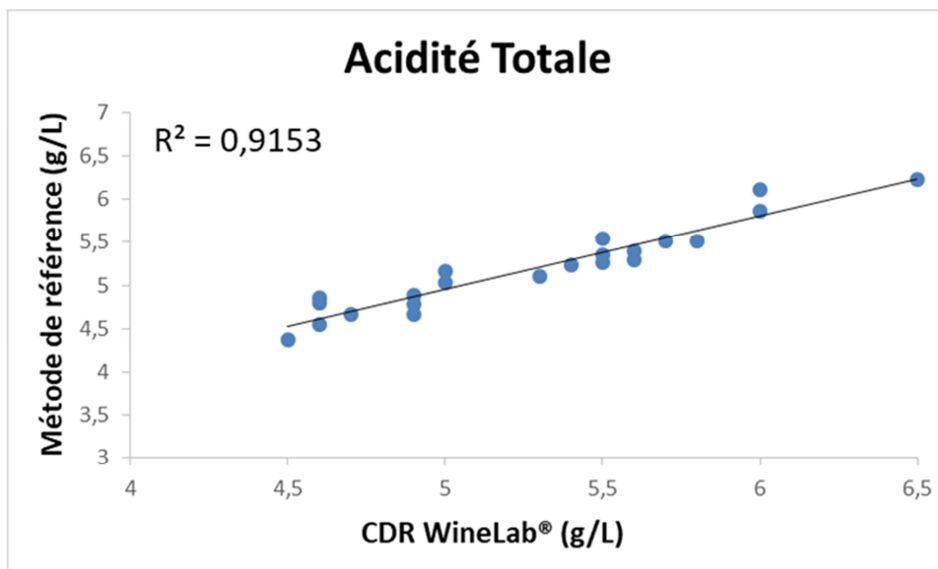


Figure 3.1. Corrélation entre CDR WineLab® et méthode de référence

Les deux méthodes présentent un coefficient de corrélation $R^2 = 0,9153$. Cette corrélation moins qu'optimale est cependant le résultat d'une distribution des valeurs mesurées dans les 22 échantillons dans une fourchette étroite (tous les échantillons ont des valeurs comprises entre 4,5 et 6,5 g/L d'acide tartrique alors que la teneur équivalente en acide tartrique dans un vin est comprise entre 2 et 9 g/l.). Coefficient de corrélation de Pearson: il s'agit d'un indice peu robuste dont la valeur peut changer de manière significative sur la base de quelques valeurs extrêmes, et la faible dispersion des échantillons sur l'échelle d'acidité totale a une influence négative sur l'estimation de la corrélation.

3.3 Évaluation de la répétabilité et la reproductibilité de la méthode

La répétabilité et la reproductibilité de la méthode CDR WineLab® sont évaluées en analysant deux solutions de référence certifiées différentes : TITRIVIN AA1 (lot n° A 03171222 1) dont l'indice d'acidité déclaré par le fabricant est de $4,01 \pm 0,25$ g/L et TITRIVIN AA4 (lot n° A 03171222 4) avec une acidité totale égale à $8,59 \pm 0,12$ g/L. Toutes les valeurs d'acidité sont rapportées en g/L d'acide tartrique. Le choix des deux standards a été fait afin de tester la répétabilité de la méthode à la fois pour des valeurs faibles et élevées d'acidité totale. Pour chaque norme, 5 analyses consécutives ont été effectuées, en répétant le test pendant 5 jours consécutifs.



Les données obtenues sont présentées ci-dessous :

TITRIVIN AA1:

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	4,0	4,2	4,0	4,0	4,0
	3,9	4,3	4,0	3,9	4,0
	3,9	4,2	3,9	3,9	3,9
	4,1	3,9	3,8	3,9	4,2
	4,2	3,8	3,9	3,9	3,9
Moyenne	4,0	4,1	3,9	3,9	4,0
Déviatoin standard	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1

Tableau 3.2: Résultats d'acidité totale obtenus de l'analyse de TITRIVIN AA1 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (g/L)	Valeur max. (g/L)	Moyenne (g/L)	Déviatoin standard (g/L)
25	3,8	4,3	4,0	0,1

Tableau 3.3. Reproductibilité de la mesure de l'acide acétique obtenue de l'analyse de TITRIVIN AA1 avec CDR WineLab®

TITRIVIN AA4 :

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	8,3	8,6	8,2	8,3	8,6
	8,3	8,3	8,2	8,3	8,5
	8,5	8,4	8,4	8,4	8,5
	8,5	8,3	8,4	8,3	8,4
	8,4	8,3	8,4	8,4	8,6
Moyenne	8,4	8,4	8,3	8,3	8,5
Déviatoin standard	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1

Tableau 3.4. Résultats d'acidité totale obtenus de l'analyse de TITRIVIN AA4 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (g/L)	Valeur max. (g/L)	Moyenne (g/L)	Déviatoin standard (g/L)
25	8,2	8,6	8,4	0,1

Tableau 3.5. Reproductibilité de la mesure de l'acide acétique obtenue de l'analyse de TITRIVIN AA4 avec CDR WineLab®

L'acidité moyenne mesurée dans TITRIVIN AA1 était de 4,0 g/L \pm 0,2 g/L et de 8,4 g/L \pm 0,2 g/L dans TITRIVIN AA4. La valeur obtenue avec CDR WineLab[®] est rapportée avec une incertitude de mesure exprimée avec un intervalle de confiance de 95% (facteur de couverture $k=2$). Une bonne répétabilité et reproductibilité de la méthode ont été observées et les valeurs d'acidité obtenues avec CDR WineLab[®] étaient en accord avec les valeurs des standards.

4 DÉTERMINATION DE L'ACIDE L-MALIQUÉ

4.1 L'acide malique dans le vin

L'acide L-malique trouve son origine dans la baie de raisin et sa synthèse est liée aux conditions climatiques, aux caractéristiques du sol et à celles de la vigne. Sa concentration dans la baie diminue rapidement et régulièrement à partir du moment de la véraison, alors qu'elle diminue plus lentement par la suite. Dans le vin, l'acide L-malique conserve la concentration qu'il avait dans le raisin si le produit ne subit pas de fermentation malolactique, alors qu'il diminue jusqu'à des concentrations inférieures à 0,2 g/L si cette fermentation a lieu.

La fermentation malolactique est le processus qui maintient naturellement la stabilité biologique d'un vin. Bien qu'elle soit définie comme une "fermentation", la dégradation de l'acide L-malique est un processus enzymatique par lequel cet acide agressif et piquant est transformé en acide L-lactique, plus délicat. Il en résulte généralement un vin plus doux et plus équilibré, avec une plus grande complexité aromatique et une meilleure persistance. Indispensable pour garantir la stabilité biologique du vin rouge, ce processus est généralement évité dans le vin blanc afin de ne pas perdre la fraîcheur et l'acidité du produit, même si dans certains vins blancs, caractérisés par des processus de vieillissement en barrique, il est cependant utilisé pour donner au vin une complexité remarquable et un goût riche et beurré.

La fermentation malolactique se produit après la fermentation alcoolique grâce à l'action de certaines bactéries lactiques telles que *Oenococcus Oeni* et *Lactobacilles*, qui sont naturellement présentes dans le moût et sont réactivées en présence de conditions idéales de pH (optimal entre 4,2 et 4,5), de température (18-20°), de quantité d'alcool éthylique (pas plus de 15%) et d'anhydride sulfureux (<5mg/L). Cependant, la diminution de l'acide L-malique peut se produire dans un pourcentage variable de 10 à 30% même pendant la fermentation alcoolique avec le mécanisme de la fermentation malo-alcoolique.

La détermination de l'acide L-malique est donc importante pour évaluer la concentration initiale présente dans le vin, obtenant des informations sur le processus de fermentation précédent et pendant la fermentation malolactique pour suivre son développement.

Les principales méthodes chimiques pour la quantification de cet acide sont l'analyse spectrophotométrique enzymatique et l'analyse par HPLC (Chromatographie Liquide à Haute Performance).

4.2 Évaluation de la précision du système

La précision de la méthode développée par CDR est évaluée en déterminant la corrélation entre les résultats de 22 échantillons de vin (Tableau 1.1) obtenus par analyse à l'aide du CDR WineLab[®] et



ceux obtenus selon la méthode de référence OIV-MA-AS313-16 avec HPLC .

	Acide Malique (g/L)	
	WineLab®	Référence
Échantillon 1	2,03	1,65
Échantillon 2	1,72	1,35
Échantillon 3	1,44	1,19
Échantillon 4	2,69	2,26
Échantillon 5	0,36	0,42
Échantillon 6	2,12	1,65
Échantillon 7	0,5	0,58
Échantillon 8	2,55	2,25
Échantillon 9	2,03	1,77
Échantillon 10	2,73	2,37
Échantillon 11	0,79	0,63
Échantillon 12	0,05	0,13
Échantillon 13	0,05	< 0,1
Échantillon 14	0,05	0,2
Échantillon 15	< 0,05	< 0,1
Échantillon 16	< 0,05	< 0,1
Échantillon 17	0,38	0,43
Échantillon 18	0,05	< 0,1
Échantillon 19	0,05	< 0,1
Échantillon 20	< 0,05	< 0,1
Échantillon 21	< 0,05	< 0,1
Échantillon 22	2,93	2,31

Tableau 4.1: Résultats d'acide L-malique obtenus avec CDR WineLab® et avec la méthode de référence.

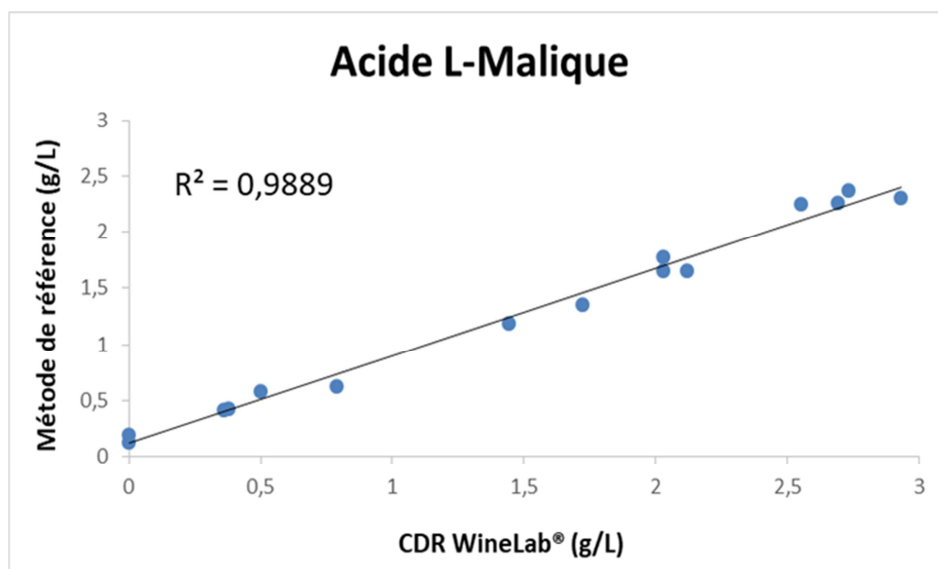


Figure 4.1. Corrélation entre CDR WineLab® et méthode de référence

Les analyses ont été effectuées sur les 22 échantillons mais les échantillons qui ont montré une concentration d'acide L-malique inférieure à la limite de détection de la méthode de référence (LOQ= 0,1 g/L) et de l'instrument CDR WineLab® (LOQ= 0,05 g/L) n'ont pas été reportés dans le graphique.

Les deux méthodes ont fourni des résultats hautement corrélés ($R^2= 0,9889$).

4.3 Évaluation de la répétabilité et reproductibilité du système

La répétabilité et la reproductibilité de la méthode CDR WineLab® sont évaluées en analysant deux différentes solutions de référence certifiées: TITRIVIN AA1 (lot n° A 03171222 1) contenant une quantité d'acide L-malique égale à $0,24 \pm 0,06$ g/L et TITRIVIN AA4 (lot n° A 03171222 4) avec une concentration de $2,51 \pm 0,14$ g/L. Le choix des deux standards a été fait afin de tester la répétabilité de la méthode à la fois à des concentrations faibles et élevées d'acide L-malique. Pour chaque norme, 5 analyses consécutives ont été effectuées, en répétant le test pendant 5 jours.

Les données obtenues sont présentées ci-dessous:

TITRIVIN AA1:

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	0,18	0,17	0,17	0,17	0,20
	0,18	0,20	0,18	0,18	0,22
	0,20	0,20	0,20	0,20	0,17
	0,17	0,20	0,22	0,16	0,21
	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18
Moyenne	0,18	0,19	0,19	0,18	0,20
Déviat ion standard	0,01	0,01	0,02	0,01	0,02

Tableau 4.2: Résultats d'acide L-malique obtenus de l'analyse de TITRIVIN AA1 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (g/L)	Valeur max. (g/L)	Moyenne (g/L)	Déviati on standard (g/L)
25	0,16	0,22	0,19	0,02

Tableau 4.3. Reproductibilité de la mesure d'acide L-malique obtenue de l'analyse de TITRIVIN AA1 con CDR WineLab®

TITRIVIN AA4 :

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	2,61	2,60	2,61	2,60	2,60
	2,62	2,56	2,53	2,62	2,62
	2,61	2,59	2,60	2,59	2,59
	2,59	2,52	2,51	2,51	2,53
	2,61	2,56	2,58	2,56	2,63
Moyenne	2,61	2,57	2,57	2,58	2,59
Déviati on standard	0,01	0,03	0,04	0,04	0,04

Tableau 4.4: Résultats d'acide L-malique obtenus de l'analyse de TITRIVIN AA4 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (g/L)	Valeur max. (g/L)	Moyenne (g/L)	Déviati on standard (g/L)
25	2,51	2,63	2,58	0,04

Tableau 4.5. Reproductibilité de la mesure d'acide L-malique obtenue de l'analyse de TITRIVIN AA4 avec CDR WineLab®

La valeur moyenne mesurée dans TITRIVIN AA1 était de 0,19 g/L±0,04 g/L et de 2,58 g/L±0,08 g/L dans TITRIVIN AA4. La valeur obtenue avec le CDR WineLab® est rapportée avec une incertitude de mesure exprimée avec un intervalle de confiance de 95% (facteur de couverture k=2). La déviation standard indique une bonne répétabilité et reproductibilité de la méthode.

De plus, CDR WineLab® fournit des concentrations d'acide L-malique en accord avec celles présentes dans les standards.

5 DÉTERMINATION DU CONTENU D'ACIDE LACTIQUE

5.1 L'acide lactique dans le vin

Dans le vin, il est possible de trouver les deux isomères de l'acide lactique mais il est important de les différencier car l'acide D(-)-lactique est produit par les levures, tandis que l'acide L(+)-lactique est obtenu à partir du métabolisme des bactéries lactiques.

Les petites quantités de l'isomère L(+) que l'on trouve avant la fermentation malolactique sont

produites pendant la phase initiale de la fermentation du sucre, mais ensuite la levure produit principalement l'isomère D(-). C'est au cours de la fermentation malolactique suivante que les bactéries lactiques du vin transforment exclusivement l'acide L(+)-malique en acide L(+)-lactique, qui est plus stable et a un goût plus doux; au cours de cette phase, la concentration de l'isomère L(+) augmente, jusqu'à des concentrations de 5 g/L.

La quantification de l'acide lactique est essentielle pendant la fermentation malolactique afin de contrôler le processus, mais il est également important de mesurer sa concentration dans le moût et le vin afin d'évaluer la nécessité d'ajouter cet acide au produit. L'acide lactique est en effet ajouté pour corriger l'acidité des moûts et des vins comme alternative à l'acide tartrique. Il peut notamment être ajouté jusqu'à un maximum de 2,25 g/l sur les moûts et 3,75 g/l sur les vins dans le but de rééquilibrer l'acidité naturelle, d'améliorer la conservation, le goût et de favoriser une évolution biologique correcte.

Les méthodes standard pour la quantification de cet acide sont l'analyse spectrophotométrique enzymatique et l'analyse par HPLC (Chromatographie Liquide à Haute Performance).

Cependant, en plus de déterminer l'acide L-lactique, l'analyse HPLC détecte également son isomère D(-), formé par les levures pendant la fermentation alcoolique. Par conséquent, contrairement à la méthode enzymatique, qui permet de quantifier directement la concentration d'acide L(+)-lactique, l'analyse HPLC ne permet pas de connaître la concentration réelle d'acide L(+)-lactique, qui est le seul paramètre indicatif du début de la fermentation malolactique.

5.2 Évaluation de la précision de la méthode

La précision du système développé par CDR est évaluée en déterminant la corrélation entre les résultats de 22 échantillons de vin (Tableau 1.1) obtenus par analyse à l'aide du CDR WineLab® et ceux obtenus avec HPLC selon la méthode de référence OIV-MA-AS313-16.

	Acide Lactique (g/L)	
	WineLab®	Référence
Échantillon 1	0,49	0,69
Échantillon 2	< 0,05	0,12
Échantillon 3	0,38	0,46
Échantillon 4	0,07	0,15
Échantillon 5	0,98	1,03
Échantillon 6	0,57	0,71
Échantillon 7	1,12	0,75
Échantillon 8	0,27	0,37
Échantillon 9	0,06	0,2
Échantillon 10	0,11	< 0,1
Échantillon 11	1,12	1,15
Échantillon 12	0,68	0,93

Échantillon 13	0,99	1,14
Échantillon 14	0,98	0,91
Échantillon 15	1,09	1,52
Échantillon 16	1,12	1,22
Échantillon 17	0,81	1,03
Échantillon 18	1,05	1,52
Échantillon 19	1,10	1,29
Échantillon 20	1,03	1,07
Échantillon 21	1,57	1,55
Échantillon 22	0,14	0,25

Tableau 5.1: Résultats d'acide lactique obtenus avec CDR WineLab® et avec la méthode de référence.

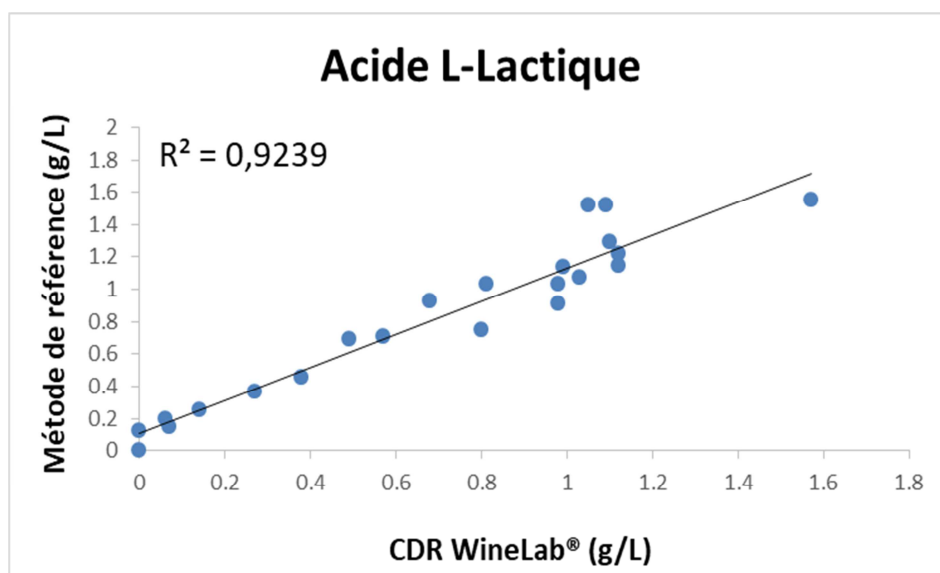


Figure 5.1: Corrélation entre CDR WineLab® et méthode de référence

Le coefficient de corrélation n'est pas optimal ($R^2 = 0,9239$).

Cependant, il faut considérer que les deux méthodes ne sont pas parfaitement comparables car, comme mentionné ci-dessus, l'analyse HPLC détecte les deux isomères de l'acide lactique, contrairement à la réaction enzymatique utilisée par CDR WineLab®, qui ne quantifie que l'isomère L(+), seul paramètre indicatif du début de la fermentation malolactique.

Pour estimer dans quelle mesure cette différence affecte le résultat obtenu, CDR a fourni une méthode supplémentaire pour la détermination des deux isomères de l'acide lactique en utilisant CDR WineLab®. Le test a été effectué sur les deux échantillons qui présentaient la plus mauvaise corrélation avec les résultats obtenus par HPLC (Tableau 5.2). Les valeurs obtenues démontrent la présence en solution d'une quantité non négligeable de l'isomère D.

	Acide Lactique (g/L)		
	Référence	CDR WineLab®	
	Isomère D+L	Isomère L	Isomère D+L
Échantillon 15	1,52	1,09	1,69
Échantillon 18	1,52	1,05	1,68

Tableau 5.2: Résultats d'acide lactique obtenus avec CDR WineLab® et avec la méthode de référence

5.3 Évaluation de la répétabilité et reproductibilité de la méthode

La répétabilité et la reproductibilité de la méthode CDR WineLab® sont évaluées en analysant deux solutions de référence certifiées: TITRIVIN AA1 (lot n° A 03171222 1) contenant une quantité d'acide L-lactique égale à 0.90 ± 0.14 g/L et TITRIVIN AA4 (lot n° A 03171222 4) qui présente une concentration de $2,91 \pm 0,22$ g/L.

Le choix des deux standards a été fait afin de tester la méthode à concentrations diverses d'acide L-lactique. Pour chaque norme, 5 analyses consécutives ont été effectuées, en répétant le test pendant 5 jours différents.

Les données obtenues sont présentées ci-dessous :

TITRIVIN AA1:

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	0,95	0,94	0,94	0,94	0,93
	0,95	0,93	0,94	0,94	0,94
	0,96	0,93	0,95	0,95	0,95
	0,94	0,96	0,97	0,94	0,94
	0,95	0,94	0,93	0,94	0,95
Moyenne	0,95	0,94	0,95	0,94	0,94
Déviat ion standard	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01

Tableau 5.3: Résultats d'acide lactique obtenus de l'analyse de TITRIVIN AA1 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (g/L)	Valeur max. (g/L)	Moyenne (g/L)	Déviat ion standard (g/L)
25	0,93	0,97	0,94	0,01

Tableau 5.4: Résultats d'acide L-lactique obtenus de l'analyse de TITRIVIN AA1 avec CDR WineLab®

TITRIVIN AA4:

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	3,07	3,10	3,10	3,10	3,08
	3,10	3,07	3,10	3,11	3,08
	3,11	3,06	3,06	3,11	3,06
	3,08	3,07	3,10	3,07	3,05
	3,07	3,06	3,07	3,07	3,10
Moyenne	3,09	3,07	3,09	3,09	3,07
Déviation standard	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02

Tableau 5.5: Résultats d'acide L-lactique obtenus de l'analyse de TITRIVIN AA4 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (g/L)	Valeur max. (g/L)	Moyenne (g/L)	Déviation standard (g/L)
25	2,51	2,63	2,58	0,04

Tableau 5.6: Reproductibilité de la mesure d'acide acétique obtenue de l'analyse de TITRIVIN AA4 avec CDR WineLab®

La valeur moyenne d'acide L-lactique mesurée dans TITRIVIN AA1 était de 0,94 g/L \pm 0,02 g/L et de 3,08 g/L \pm 0,04 g/L dans TITRIVIN AA4. La valeur obtenue avec CDR WineLab® est rapportée avec une incertitude de mesure exprimée avec un intervalle de confiance de 95% (facteur de couverture k=2).

Le système CDR WineLab® fournit une concentration conforme à celle du standard et démontre une bonne répétabilité et reproductibilité dans la détermination de l'acide L-lactique.

6 DÉTERMINATION DU CONTENU D'ALCOOL

6.1 L'alcool dans le vin

L'éthanol (ou alcool éthylique) est, après l'eau, le composé quantitativement le plus important parmi ceux présents dans le vin. Son contenu est exprimé par le biais du taux d'alcool, qui représente le pourcentage en volume d'alcool dans le vin.

L'alcool éthylique du vin est produit par la fermentation alcoolique des sucres contenus dans le moût : plus les raisins sont sucrés au moment de la récolte, plus il y aura de sucres dans le moût et plus le vin sera alcoolisé.

L'action de l'éthanol, associée à celle de l'acidité, permet de conserver le vin pendant une longue période sans altération notable, mais l'alcool contribue également à la caractérisation du vin d'autres manières.

Lors de la vinification, son pouvoir solvant permet la dissolution des composés phénoliques des parties solides du raisin. De plus, l'alcool, en réagissant avec les acides, forme des esters, qui contribuent à enrichir le bouquet du vin en arômes tertiaires.

En bouche, l'alcool donne une sensation immédiate de chaleur qui exalte la douceur du vin ; si le vin est bien équilibré, on ressentira une chaleur agréable et enveloppante en bouche.

Les vins dont la teneur en alcool ne dépasse pas 10 % sont généralement définis comme " légers ", tandis que les vins dont la teneur en alcool augmente sont souvent définis comme plus ou moins " chauds ", atteignant une teneur en alcool de 16 %, qui est considérée comme la limite maximale de la résistance des levures à l'alcool.

La perception immédiate de l'alcool en bouche ne dépend pas toujours de la valeur élevée de la teneur en alcool réelle, mais de l'équilibre ou non de la composante alcoolique avec les autres composants du vin. Il y a des vins qui, malgré leurs 14%, ne sont pas perçus comme alcoolisés, car ils sont soutenus par une structure, un corps, des tanins et une acidité, capables de créer un équilibre parfait. D'autres fois, cependant, nous ressentons immédiatement une forte chaleur qui connote un goût presque piquant et désagréable. Ces vins ne sont pas nécessairement très alcoolisés, mais ils sont certainement déséquilibrés, les autres composants étant trop faibles et trop minces pour contrebalancer la poussée alcoolique.

Selon la loi, il est interdit de vendre pour la consommation des moûts et des vins dont la teneur totale en alcool est inférieure à 9 degrés et, pour les vins AOC ou "DOCG" (NdT : Appellation d'Origine Contrôlée et Garantie), il existe une teneur en alcool minimale, c'est-à-dire une teneur en alcool spécifique en dessous de laquelle il n'est pas possible de vendre ce vin particulier.

Selon la législation, il est possible d'augmenter la teneur en alcool de 2 unités au maximum par le mélange. L'ajout de sucres au moût pour compenser le manque de sucre naturel est interdit par la plupart des cahiers des charges des appellations en Italie, mais la correction sous forme d'ajout de moûts concentrés rectifiés d'origine vinique est autorisée.

La connaissance du titre alcoométrique présente donc un grand intérêt tant du point de vue juridique que commercial et doit être obligatoirement indiquée sur les étiquettes des vins de table destinés à la vente.

Les méthodes officielles de mesure du titre alcoométrique volumique acquis prévoient une double distillation du vin alcalinisé (pour éviter les interférences de l'acide acétique, de l'anhydride sulfureux, des aldéhydes et d'autres substances volatiles) et la mesure ultérieure de la densité de la solution hydroalcoolique obtenue, soit par pycnométrie, soit par densimétrie électronique, soit au moyen d'une balance hydrostatique.

6.2 Évaluation de la précision de la méthode

La précision du système développé par le CDR est évaluée en déterminant la corrélation entre les résultats de 22 échantillons de vin (Tableau 1.1) obtenus en effectuant des analyses avec le CDR WineLab® et avec la méthode de distillation fournie par la méthode de référence OIV MA-AS312-01A R2016 4.B.



Contenu d'alcool (%vol.)

	WineLab®	Référence
Échantillon 1	12,4	12,27
Échantillon 2	12,1	11,99
Échantillon 3	13,2	13,43
Échantillon 4	12,1	12,07
Échantillon 5	10,4	10,47
Échantillon 6	10,8	10,52
Échantillon 7	12,2	12,44
Échantillon 8	11,6	11,38
Échantillon 9	13,4	13,16
Échantillon 10	12,5	12,5
Échantillon 11	11,4	11,54
Échantillon 12	13,1	13,75
Échantillon 13	12,6	12,79
Échantillon 14	12,5	12,58
Échantillon 15	14,8	14,62
Échantillon 16	11,8	11,24
Échantillon 17	11,5	11,38
Échantillon 18	13,0	12,97
Échantillon 19	13,4	13,59
Échantillon 20	12,8	13,00
Échantillon 21	10,3	10,15
Échantillon 22	10,4	10,42

Tableau 6.1 : Résultats du contenu d'Alcool obtenus avec CDR WineLab® et avec la méthode de référence.

Les deux méthodes présentent un bon coefficient de corrélation ($R^2 = 0,9603$). Dans l'échantillon 15, de l'alcool éthylique a été ajouté pour augmenter la teneur en alcool de l'échantillon. La teneur en alcool des échantillons était comprise entre 10,3% et 13,4% et une faible dispersion des échantillons aurait eu un impact négatif sur l'estimation de la corrélation.

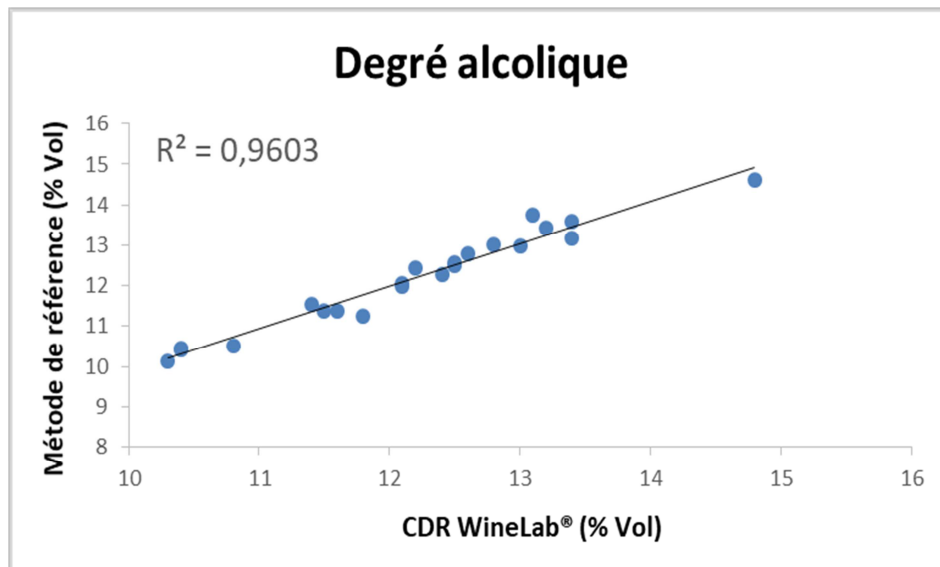


Figure 6.1. Corrélation entre CDR WineLab® et la méthode de référence dans l'analyse du degré d'alcool.

6.3 Évaluation de la répétabilité et de la reproductibilité de la méthode

La répétabilité et la reproductibilité de la méthode CDR WineLab® sont évaluées en analysant deux différentes solutions de référence certifiées: TITRIVIN AA1 (lot n° A 03171222 1) pour lequel une teneur en alcool de $14 \pm 0,05$ % vol. est déclarée et TITRIVIN AA4 (lot n° A 03171222 4) avec une teneur en alcool égale à $9,46 \pm 0,06$ %vol.

Le choix des deux standards a été fait afin de tester la répétabilité de la méthode à la fois à des concentrations faibles et élevées de teneur en alcool. Pour chaque norme, 5 analyses consécutives ont été effectuées, en répétant le test pendant 5 jours.

Les données obtenues sont présentées ci-dessous

TITRIVIN AA1:

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	9,40	9,50	9,40	9,50	9,30
	9,40	9,30	9,40	9,40	9,30
	9,60	9,50	9,50	9,60	9,60
	9,40	9,40	9,40	9,40	9,40
	9,60	9,50	9,70	9,70	9,50
Moyenne	9,50	9,40	9,50	9,50	9,40
Déviation standard	0,11	0,09	0,13	0,13	0,13

Tableau 6.2: Valeurs de teneur en alcool obtenues de l'analyse de TITRIVIN AA1 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (% vol.)	Valeur max. (% vol.)	Moyenne (% vol.)	Déviati on standard (% vol.)
25	9,3	9,7	9,5	0,1

Tableau 6.3. Reproductibilité de la mesure en teneur d'alcool obtenue de l'analyse de TITRIVIN AA1 avec CDR WineLab®

TITRIVIN AA4:

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	14,10	14,00	14,10	14,10	13,90
	14,00	14,10	13,90	13,90	14,00
	14,00	13,90	13,90	13,90	14,20
	13,90	13,80	13,90	13,90	14,20
	14,00	13,80	13,80	13,80	14,10
Moyenne	14,00	13,90	13,90	13,90	14,10
Déviati on standard	0,07	0,13	0,11	0,11	0,13

Tableau 6.4: Valeurs de teneur en alcool obtenues de l'analyse de TITRIVIN AA4 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (% vol.)	Valeur max. (% vol.)	Moyenne (% vol.)	Déviati on standard (% vol.)
25	13,8	14,2	14,0	0,1

Tableau 6.5: Reproductibilité de la mesure de teneur en alcool obtenue de l'analyse de TITRIVIN AA4 avec CDR WineLab®

La valeur moyenne mesurée pour TITRIVIN AA1 est de 9,5 %vol.±0,2 %vol. et de 14,0 %vol.±0,2 %vol. pour TITRIVIN AA4. La valeur obtenue avec CDR WineLab® est rapportée avec une incertitude de mesure exprimée avec un intervalle de confiance de 95% (facteur de couverture k=2). CDR WineLab® présente une bonne reproductibilité et répétabilité dans la mesure de teneur en alcool compte tenu de la faible déviation standard obtenue et la valeur moyenne mesurée avec le CDR WineLab® est parfaitement en accord avec la teneur en alcool des deux standards analysés.

7 DÉTERMINATION SO₂ TOTAL

7.1 SO₂ dans le vin

L'anhydride sulfureux (ou dioxyde de soufre), en raison de ses nombreuses propriétés, est un outil fondamental dans la production des vins.

En quantité suffisante, cette substance empêche la prolifération de la flore bactérienne. Ceci est particulièrement important pendant la fermentation et la conservation, lorsque ce composé empêche la naissance de micro-organismes qui pourraient nuire au goût et à la couleur du vin. Il est également

antioxydant et possède des propriétés antioxydasiques, une caractéristique fondamentale dans toutes les phases du processus de production et de conservation du vin. Le SO_2 préserve les vins d'une oxydation excessive des composés phénoliques et de certaines substances aromatiques, contribue à maintenir un faible niveau d'oxydoréduction favorable à l'évolution des caractéristiques sensorielles pendant le stockage et le vieillissement et inhibe l'action des enzymes oxydasiques protégeant les moûts de l'oxydation avant le début de la fermentation.

En plus de ces propriétés, il combine l'acétaldéhyde et d'autres composés similaires en préservant le goût et l'arôme du vin et en empêchant en même temps le goût de la moisissure.

Pour obtenir ces effets positifs, il faut toutefois ajouter de l'anhydride sulfureux lorsque la fermentation alcoolique est complètement terminée. S'il est ajouté trop tôt après la fin de la fermentation, c'est-à-dire lorsque la température du vin est encore trop élevée, des arômes et des goûts désagréables d'anhydride sulfureux, de mercaptan et d'œufs pourris peuvent se développer.

Cependant, son utilisation doit être limitée, à la fois en raison des effets négatifs sur la santé et parce qu'une quantité excessive d'anhydride sulfureux modifie les caractéristiques organoleptiques du vin. Les quantités maximales autorisées par l'Union européenne sont de 160 mg/l pour les vins rouges et de 210 mg/l pour les vins blancs et rosés (il existe des dérogations permettant aux États membres d'augmenter cette valeur de 40 mg/l au maximum durant les années défavorables).

Compte tenu de la multiplicité des réactions chimiques auxquelles il participe, il n'est pas toujours facile de déterminer la dose idéale d'utilisation afin de bénéficier au maximum des avantages sans avoir à craindre les effets négatifs. C'est pourquoi il est important d'évaluer la concentration aux différents stades de la production.

La méthode officielle de la CEE pour la détermination de ce composé dans le vin (Règlement CEE n° 2676/90, Journal officiel des Communautés européennes L 272 du 3/10/90) prévoit que l'anhydride sulfureux soit entraîné par un courant d'air ou d'azote et fixé et oxydé, par barbotage, dans une solution diluée et neutre de peroxyde d'hydrogène. L'acide sulfurique formé est mesuré avec une solution standard d'hydroxyde de sodium. Le dioxyde de soufre total est extrait du vin par traînage à chaud (100°C).

Toutefois, on utilise généralement la méthode de Ripper-Schmitt, qui consiste en un dosage volumétrique du SO_2 par titrage iodométrique, effectué directement sur le vin à $\text{pH} < 1$. La détermination de l'anhydride sulfureux total est effectuée en alcalinisant la solution, afin de décomposer les composés aldéhyde-soufre, puis en l'acidifiant à nouveau avant d'effectuer le titrage comme indiqué dans la méthode OIV-MA-AS323-04B.

7.2 Évaluation de la précision de la méthode

La précision de la méthode développée par CDR est évaluée en déterminant la corrélation entre les résultats de 22 échantillons de vin (Tableau 1.1) obtenus en effectuant des analyses avec CDR WineLab® et avec la méthode OIV-MA-AS323-04B.

Laboratoire d'Électrochimie Appliquée

Responsable: Prof. Massimo Innocenti

Via della Lastruccia 3 - 50019 Sesto Fiorentino (Florence - FI) Italie

Tél +39 055 4573102

e-mail minnocenti@unifi.it



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
FIRENZE

DIPARTIMENTO
DI CHIMICA
"UGO SCHIFF"

	SO ₂ total (mg/L)	
	WineLab®	Référence
Échantillon 1	70	74
Échantillon 2	80	87
Échantillon 3	90	90
Échantillon 4	95	110
Échantillon 5	123	126
Échantillon 6	102	112
Échantillon 7	132	154
Échantillon 8	123	148
Échantillon 9	95	105
Échantillon 10	98	102
Échantillon 11	106	114
Échantillon 12	130	147
Échantillon 13	125	132
Échantillon 14	98	91
Échantillon 15	65	70
Échantillon 16	40	38
Échantillon 17	110	122
Échantillon 18	40	45
Échantillon 19	20	14
Échantillon 20	40	37
Échantillon 21	61	52
Échantillon 22	50	56

Tableau 7.1: Résultats de SO₂ total obtenus avec CDR WineLab® et avec la méthode de référence.

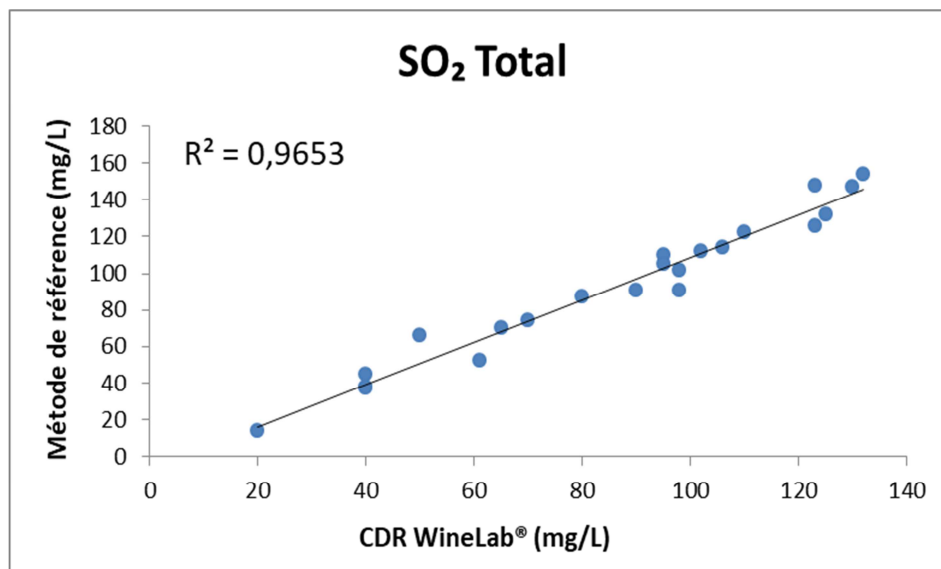


Figure 7.1: Corrélation entre CDR WineLab® et méthode de référence

Les deux méthodes ont démontré une bonne corrélation ($R^2 = 0,9653$) compte tenu de la répétabilité non optimale des deux méthodes de mesure.

7.3 Évaluation de la répétabilité et de la reproductibilité de la méthode

La répétabilité et la reproductibilité de la méthode sont évaluées en effectuant 5 analyses consécutives pendant 5 jours de la concentration d'anhydride sulfureux total dans l'échantillon de vin blanc sec 21-RT-003 envoyé par le circuit Ring Test-Lab (circuit d'analyse coordonné par Unione Italiana Vini) en février 2021 à CDR s.r.l., qui a fourni l'échantillon à l'Université de Florence pour la réalisation du test.

Pour ce paramètre, il n'existe pas de solutions standard commerciales et il a donc été décidé de tester la répétabilité/reproductibilité de la mesure en utilisant un échantillon envoyé pour un test de comparaison interlaboratoire (Ring Test) à CDR s.r.l.

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	119	120	118	118	118
	118	117	119	117	120
	117	122	119	118	119
	119	117	122	119	121
	119	118	120	118	123
Moyenne	118	118	120	118	119
Déviation standard	1	1	2	1	2

Tableau 7.2 Mesures de la concentration de SO_2 total obtenues de l'analyse de l'échantillon 21-RT-003 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (mg/L)	Valeur max. (mg/L)	Moyenne (mg/L)	Déviati on standard (mg/L)
25	117	123	119	2

Tableau 7.3: Reproductibilité de la mesure de SO₂ total avec CDR WineLab®

La valeur moyenne mesurée pour l'échantillon 21-RT-003 était de 119 mg/L ±4 mg/L (l'incertitude de mesure est exprimée comme une incertitude étendue à un intervalle de confiance de 95% avec un facteur de couverture de k=2). La valeur obtenue avec CDR WineLab® présente une déviation standard et donc une répétabilité non optimale mais meilleure que la répétabilité obtenue avec la méthode de référence OIV- MA-AS323-04B.

La valeur de l'anhydride sulfureux total obtenue avec CDR WineLab® est en parfait accord avec la valeur obtenue dans le Ring Test (123,4 mg/L ±12,5 mg/L) confirmant la corrélation avec la méthode standard.

8 DÉTERMINATION DE L'ANHYDRIDE SULFUREUX LIBRE

8.1 SO₂ libre dans le vin

La gestion correcte du SO₂ dans le vin est indispensable, en effet ce composé est difficile à remplacer dans la vinification et la conservation du vin grâce à ses innombrables propriétés (chapitre 7.1).

L'anhydride sulfureux contenu dans le vin est présent sous différentes formes, qui ne présentent pas toutes le même intérêt du point de vue œnologique.

Le terme anhydride sulfureux libre désigne les formes libérables par l'acidification, à savoir:

- H₂SO₃ ou anhydride sulfureux moléculaire
- HSO₃⁻ ou anion bisulfite
- SO₃²⁻ ou ion sulfite

Au lieu de cela, lorsque nous parlons d'anhydride sulfureux combiné, nous voulons dire la partie de l'anhydride sulfureux liée de manière plus ou moins stable avec certains composants

dans le vin, comme l'acétaldéhyde, les sucres, les acides cétoniques, les acides uroniques et les anthocyanes. En fonction de la stabilité de la liaison, une autre distinction est faite entre:

- SO₂ combiné, lié de façon permanente à l'acétaldéhyde ;
- SO₂ en dépôt lié à des composés de moyenne ou faible affinité et qui, en se dissociant par chauffage, peut donner lieu à du SO₂ libre.

Entre l'anhydride sulfureux libre et l'anhydride sulfureux combiné, il existe un équilibre qui est influencé avant tout par la température et le pH du vin. Ce dernier paramètre a une influence considérable sur la présence des trois formes car la quantité d'acide sulfureux indissocié diminue lorsque le pH augmente.

C'est la partie libre qui exerce les importants effets antioxydants et antiseptiques : pour cette raison, il est

essentiel que l'anhydride sulfureux soit combiné le moins possible. L'anhydride sulfureux combiné à des composés à affinité moyenne et faible est toutefois utile, car dans le cas où la fraction libre est dispersée, par exemple lors des opérations de soutirage, une partie de la fraction combinée est libérée et la remplace. Un vin doit toujours avoir une certaine quantité d'anhydride sulfureux libre afin de garantir une conservation correcte.

Afin de garantir un ajout adéquat d'anhydride sulfureux au produit, il est important non seulement d'évaluer la concentration de SO₂ total, mais aussi d'évaluer sa forme libre, qui est fondamentale pour obtenir les effets antiseptiques et antioxydants recherchés.

Pour sa détermination, la méthode officielle de la C¹² exige que l'anhydride sulfureux libre soit entraîné par un courant d'air ou d'azote, puis fixé et oxydé, par barbotage, dans une solution diluée et neutre de peroxyde d'hydrogène. La détermination s'effectue par titrage avec une solution d'hydroxyde de sodium, de la même manière que pour la détermination de l'anhydride sulfureux total. Cependant, l'anhydride sulfureux libre est extrait du vin par traînage à froid (10°C).

Aussi dans le cas de l'anhydride sulfureux libre, la méthode Ripper - Schmitt rapportée dans la méthode OIV-MA-AS323-04B est couramment utilisée mais sans effectuer l'alcalinisation (chapitre 7.1).

8.2 Évaluation de la précision de la méthode

La précision de la méthode développée par CDR est évaluée en déterminant la corrélation entre les résultats de 22 échantillons de vin (Tableau 1.1) obtenus en effectuant des analyses avec CDR WineLab® et avec la méthode OIV-MA-AS323-04B.

	SO ₂ libre (mg/L)	
	WineLab®	Référence
Échantillon 1	13	11
Échantillon 2	27	25
Échantillon 3	24	27
Échantillon 4	30	27
Échantillon 5	12	16
Échantillon 6	21	17
Échantillon 7	20	24
Échantillon 8	58	58
Échantillon 9	24	29
Échantillon 10	12	17
Échantillon 11	25	27
Échantillon 12	23	21
Échantillon 13	16	16
Échantillon 14	15	9
Échantillon 15	3	7
Échantillon 16	6	1

Échantillon 17	10	15
Échantillon 18	5	2
Échantillon 19	2	1
Échantillon 20	7	2
Échantillon 21	2	2
Échantillon 22	6	4

Tableau 8.1: Résultats de SO_2 libre obtenus avec CDR WineLab® et avec la méthode de référence

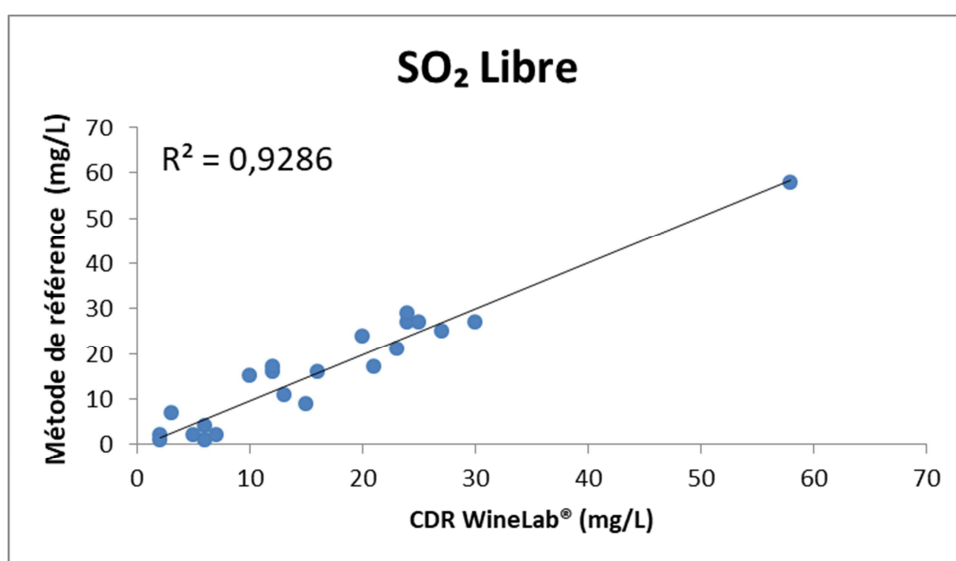


Figure 8.1: Corrélation entre CDR WineLab® et la méthode de référence

Les deux méthodes ont démontré une bonne corrélation ($R^2 = 0,9286$) compte tenu de la répétabilité moins qu'optimale des deux méthodes de mesure (*chapitre 8.3*).

8.3 Évaluation de la répétabilité et reproductibilité de la méthode

La répétabilité et la reproductibilité de la méthode sont évaluées en effectuant 5 analyses consécutives pendant 5 jours de la concentration d'anhydride sulfureux total dans l'échantillon de vin blanc sec 21-RT-003 envoyé par le circuit RT-LAB en février 2021 à CDR s.r.l., qui a fourni l'échantillon à l'Université de Florence pour effectuer le test.

Pour ce paramètre, il n'y a pas de solutions standard commerciales et il a donc été choisi de tester la répétabilité/reproductibilité de la mesure avec un échantillon d'un Ring Test.

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	22	20	22	25	22
	23	23	25	21	20
	24	23	24	23	23
	22	22	24	22	23
	22	22	22	24	23
Moyenne	23	22	23	23	22
Déviati on standard	1	1	1	2	1

Tableau 7.2: Mesures de la concentration de SO_2 libre obtenues de l'analyse de l'échantillon 21-RT-003 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (mg/L)	Valeur max. (mg/L)	Moyenne (mg/L)	Déviati on standard (mg/L)
25	20	25	23	1

Tableau 7.3: Reproductibilité de la mesure d'anhydride sulfureux libre avec CDR WineLab®

La valeur moyenne mesurée pour l'échantillon 21-RT-003 était de 23 mg/L \pm 2 mg/L (l'incertitude de mesure est exprimée comme une incertitude étendue à un intervalle de confiance de 95% avec un facteur de couverture de $k=2$). Le résultat obtenu avec CDR WineLab® semble présenter une bonne reproductibilité dans la mesure de la concentration en anhydride sulfureux libre, par rapport à celui de la méthode utilisée comme référence (OIV-MA-AS323-04B).

La valeur de l'anhydride sulfureux libre obtenue avec CDR WineLab® est en parfait accord avec la valeur obtenue dans le Ring Test (20,6 mg/L \pm 6 mg/L) confirmant la corrélation avec la méthode standard.

9 DÉTERMINATION DES SUCRES

9.1 Les sucres fermentescibles dans le vin

La connaissance du taux de sucre est un paramètre qui permet de suivre l'état de maturation du raisin dans ses différentes phases et d'identifier le moment exact de la récolte.

La détermination de la quantité de sucres présents dans les moûts est l'une des analyses les plus importantes, car la richesse alcoolique du futur vin dépendra de la plus ou moins grande teneur en sucre.

La teneur en alcool potentielle d'un vin est de 0,66 degrés alcooliques par volume pour chaque gramme de sucres fermentescibles présents dans le moût. Le suivi des sucres pendant la fermentation alcoolique permet donc d'en évaluer le déroulement.

Par ailleurs, la détermination des sucres est indispensable dans l'élaboration de vins spéciaux (vins de liqueur, vins mousseux, vins aromatisés, etc.) ou de vins doux pour répondre aux exigences légales et technologiques.

Par exemple, dans le cas du vin mousseux (spumante), l'ajout de sucre est fondamental pour une bonne refermentation en bouteille. La quantité de sucre ajoutée déterminera la pression due au CO_2 dans la

bouteille. Après ajout, le vinificateur peut déterminer les sucres fermentescibles totaux dans l'échantillon pour être sûr du niveau correct de sucre dans le vin.

Si la fermentation n'est pas achevée en faisant fermenter tous les sucres présents dans le moût, le sucre résiduel qui en résulte détermine la plus ou moins grande douceur du vin en question. La présence ou l'absence de sucre dans le vin détermine son style et son orientation organoleptique. Une quantité de sucre supérieure à 50 g/L classe le vin comme doux, l'absence (ou une quantité négligeable) le classe comme sec (<10 g/L) et les quantités intermédiaires déterminent des profils sensoriels particuliers.

Le grain de raisin contient différents types de sucres, mais les principaux, qui représentent la plus grande quantité, sont le glucose et le fructose (sucres fermentescibles). Les sucres présents dans la pulpe du raisin ne sont pas tous impliqués dans le processus de fermentation alcoolique. Certains de ces sucres, appelés sucres infermentescibles, ne sont pas transformés en alcool et en dioxyde de carbone par les levures et restent dans le vin pour contribuer à sa douceur. Ce goût sucré, produit par les sucres dits résiduels, n'est pas toujours perceptible à la dégustation, soit parce qu'ils sont compensés par d'autres substances, soit parce qu'ils sont présents en quantités négligeables qui ne dépassent pas le seuil de perceptibilité.

En Italie, le sucrage est interdit, mais dans les pays où il est permis d'ajouter du saccharose pour augmenter le degré d'alcool potentiel, le vigneron peut analyser la teneur en sucres fermentescibles pour vérifier si la quantité ajoutée est correcte.

Les méthodes les plus couramment utilisées pour la détermination des sucres fermentescibles sont la méthode enzymatique (OIV-MA-AS311-02) et la méthode OIV-MA-AS311-03 par HPLC qui permettent la détermination du glucose et du fructose, à l'exclusion de la détection des pentoses.

9.2 Évaluation de la précision de la méthode

La précision de la méthode développée par CDR est évaluée en déterminant la corrélation entre les résultats de 22 échantillons de vin (Tableau 1.1) obtenus en effectuant des analyses avec CDR WineLab® et par HPLC selon la méthode de référence OIV-MA-AS311-03.

	Contenu de sucres (g/L)	
	WineLab®	Référence
Échantillon 1	1,3	1
Échantillon 2	2,0	2, 2
Échantillon 3	1,8	2, 2
Échantillon 4	0,8	1
Échantillon 5	< 0,1	1
Échantillon 6	8,2	7,7
Échantillon 7	1,4	1,4
Échantillon 8	2,8	3,1
Échantillon 9	2,5	2,8
Échantillon 10	3,9	4,1
Échantillon 11	7,4	8,1

Échantillon 12	2,1	1,9
Échantillon 13	1,5	1,4
Échantillon 14	0,4	< 1
Échantillon 15	0,9	< 1
Échantillon 16	15	18
Échantillon 17	6,5	6,6
Échantillon 18	1,1	< 1
Échantillon 19	0,1	< 1
Échantillon 20	<0,1	< 1
Échantillon 21	11,1	13
Échantillon 22	0,3	< 1

Tableau 9.1: Résultats de la concentration de sucres obtenus avec CDR WineLab® et avec la méthode de référence

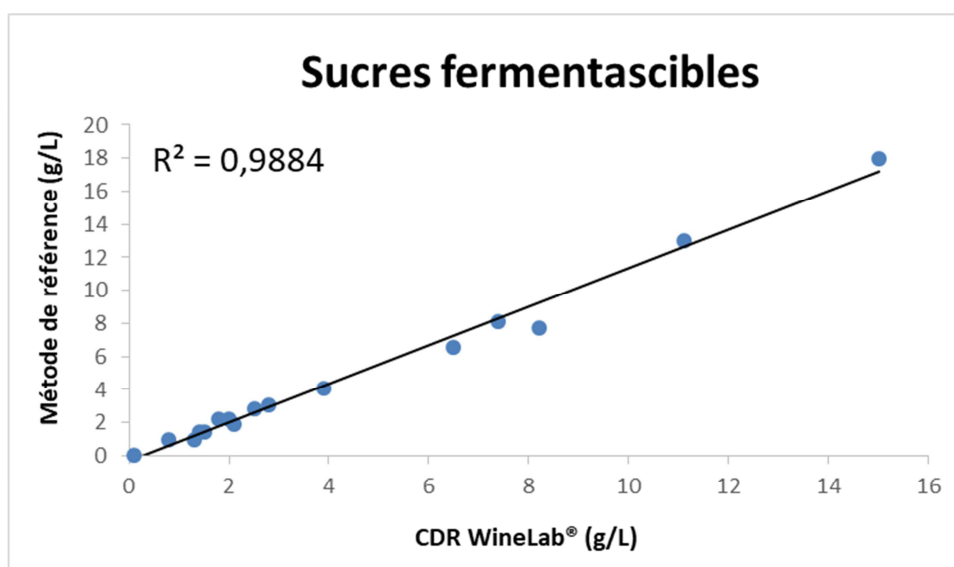


Figure 9.1: Corrélation entre CDR WineLab® et la méthode de référence

Les deux méthodes ont fourni des résultats hautement corrélés ($R^2 = 0,9884$).

9.3 Évaluation de la répétabilité et reproductibilité de la méthode

La répétabilité et la reproductibilité de la méthode CDR WineLab® sont évaluées en analysant deux différentes solutions de référence certifiées : TITRIVIN AA1 (lot n° A 03171222 1) pour lequel est déclarée une valeur de sucres égale à $0,87 \pm 0,08$ mg/L et TITRIVIN AA4 (lot n° A 03171222 4) qui présente une concentration de $8,70 \pm 0,26$ mg/L.

Le choix des deux standards a été fait afin de tester la répétabilité de la méthode à la fois pour des valeurs de sucre faibles et élevées. Pour chaque norme, 5 analyses consécutives ont été effectuées, en répétant le test pendant 5 jours différents.

Les données obtenues sont présentées ci-dessous:

TITRIVIN AA1 :

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	0,8	0,7	0,9	0,9	1,1
	0,8	0,9	1,0	0,9	1,0
	0,9	0,8	0,9	0,9	1,0
	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9
	0,9	0,9	0,9	0,9	1,0
Moyenne	0,9	0,9	1,0	0,9	1,0
Déviati on standard	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1

Tableau 9.2. Valeurs de sucres obtenues de l'analyse de TITRIVIN AA1 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (g/L)	Valeur max. (g/L)	Moyenne (g/L)	Déviati on standard (g/L)
25	0,7	1,0	0,9	0,1

Tableau 9.3: Reproductibilité de la mesure des sucres obtenue de l'analyse de TITRIVIN AA1 avec CDR WineLab®

TITRIVIN AA1 :

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	8,9	8,7	8,7	8,7	8,8
	8,8	8,8	8,7	8,9	8,9
	8,9	8,6	8,6	8,9	8,7
	8,8	8,8	8,7	8,8	8,8
	8,7	8,8	8,8	8,8	8,8
Moyenne	8,8	8,7	8,7	8,8	8,8
Déviati on standard	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1

Tableau 9.4: Valeurs de sucres obtenues de l'analyse de TITRIVIN AA4 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (g/L)	Valeur max. (g/L)	Moyenne (g/L)	Déviati on standard (g/L)
25	8,6	8,9	8,8	0,1

Tableau 9.5: Reproductibilité de la mesure des sucres obtenue de l'analyse de TITRIVIN AA1 avec CDR WineLab®

La valeur des sucres mesurée pour TITRIVIN AA1 est de 0,9 mg/L \pm 0,2 mg/L et de 8,8 mg/L \pm 0,2 mg/L pour TITRIVIN AA4. La valeur obtenue avec CDR WineLab® est rapportée avec une incertitude de mesure exprimée avec un intervalle de confiance de 95% (facteur de couverture k=2). CDR WineLab® présente une excellente reproductibilité et répétabilité dans la mesure des sucres et la valeur mesurée est en parfait accord avec la concentration en sucre déclarée des deux standards analysés.

10 IPT (Indice Polyphénols Totaux)

10.1 L'indice des polyphénols totaux dans le vin

Après les glucides et les acides, les polyphénols constituent le groupe d'espèces chimiques le plus abondant présent dans le raisin et jouent un rôle fondamental en œnologie.

Les composés polyphénoliques sont l'un des paramètres les plus importants de la qualité du vin, grâce à leur contribution aux caractéristiques organoleptiques telles que la couleur, l'astringence et l'arôme du produit. En outre, ils ont des propriétés bactéricides, antioxydantes, vitaminiques et protectrices contre les maladies cardiovasculaires.

D'un point de vue chimique, l'étude des composés phénoliques dans le vin est assez complexe et articulée en raison de la grande diversité des structures qui les composent et des différents apports sensoriels qu'ils procurent.

Ces substances appartiennent à plusieurs catégories, telles que les dérivés des acides hydroxycinnamique et hydroxybenzoïque, les flavonoïdes, les anthocyanes, les flavones et les tanins.

Les polyphénols sont contenus dans les tiges, les pépins, les peaux et, en plus petite quantité, dans la pulpe. La présence de polyphénols dans le vin dépend principalement de la technique de vinification, notamment des conditions de certaines phases de la vinification telles que la macération et la fermentation, qui influencent l'extraction des différents constituants du raisin.

Cependant, la quantité de polyphénols extraite dépend également de la concentration initiale contenue dans la grappe, qui est très variable car la présence de polyphénols est influencée par les conditions de maturation des raisins, ainsi que par les techniques de culture, la position géographique et le "terroir".

La teneur de ces substances dans le vin dépend donc du type d'assemblage et du système de vinification ; la teneur en polyphénols des vins rouges est en moyenne de 1,5 g/l, les vins rosés peuvent contenir 400-800 mg/l et les vins blancs de 100 à 400 mg/l.

Les polyphénols sont les substrats d'un grand nombre de réactions chimiques, ils subissent plusieurs changements de structure au cours de l'affinage et du vieillissement du vin, modifiant ses caractéristiques organoleptiques. Par conséquent, l'estimation de la quantité de polyphénols du raisin qui peut être extraite pendant la vinification, la quantification de ces composés dans le produit final et la connaissance de la répartition de ces composés entre les peaux et les pépins peuvent aider le vinificateur à définir de manière optimale la vinification en rouge et prévoir certains des problèmes potentiels qui pourraient survenir pendant la maturation du produit.

Dans le secteur œnologique, les études et les méthodes d'analyse pour la qualification et la quantification des

polyphénols sont nombreuses. La méthode officielle pour la détermination du IPT (OIV-MA-AS2-10) prévoit l'utilisation d'un réactif oxydant particulier, appelé réactif de Folin-Ciocalteu, capable de prendre une coloration bleue, dont l'intensité est linéairement proportionnelle au nombre de résidus phénoliques présents.

10.2 Évaluation de la précision de la méthode

La précision de la méthode développée par CDR est évaluée en déterminant la corrélation entre les résultats de 22 échantillons de vin (*Tableau 1.1*) obtenus en effectuant des analyses avec CDR WineLab® et avec la méthode OIV-OENO 419D-2015.

	IPT (D.O.)	
	WineLab®	Référence
Échantillon 1	9	9
Échantillon 2	8	7
Échantillon 3	6	6
Échantillon 4	6	6
Échantillon 5	< 0,1	1
Échantillon 6	6	6
Échantillon 7	6	6
Échantillon 8	9	8
Échantillon 9	7	6
Échantillon 10	11	10
Échantillon 11	14	16
Échantillon 12	42	9
Échantillon 13	54	43
Échantillon 14	49	56
Échantillon 15	51	51
Échantillon 16	46	51
Échantillon 17	38	45
Échantillon 18	33	48
Échantillon 19	45	35
Échantillon 20	57	46
Échantillon 21	48	58
Échantillon 22	6	6

Tableau 10.1: Résultats du contenu de polyphénols totaux obtenus avec CDR WineLab® et avec la méthode de référence

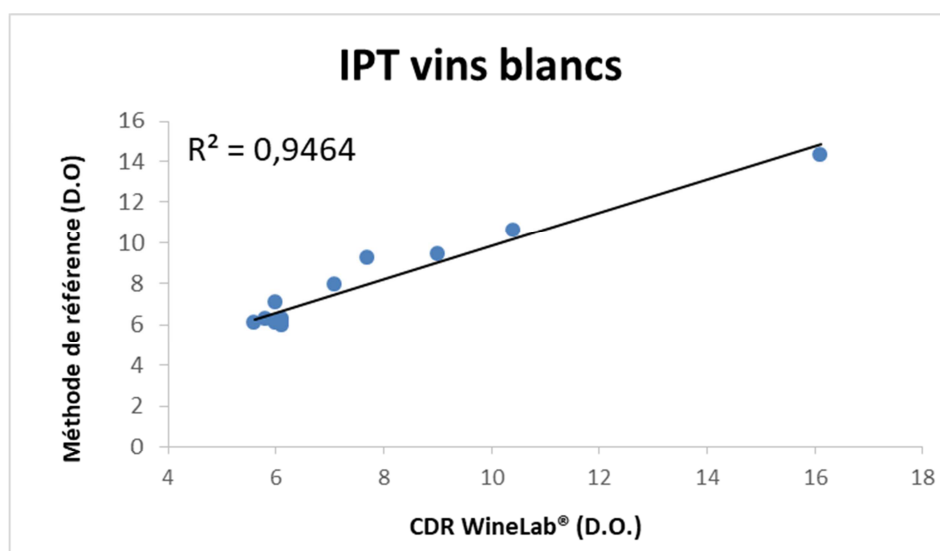
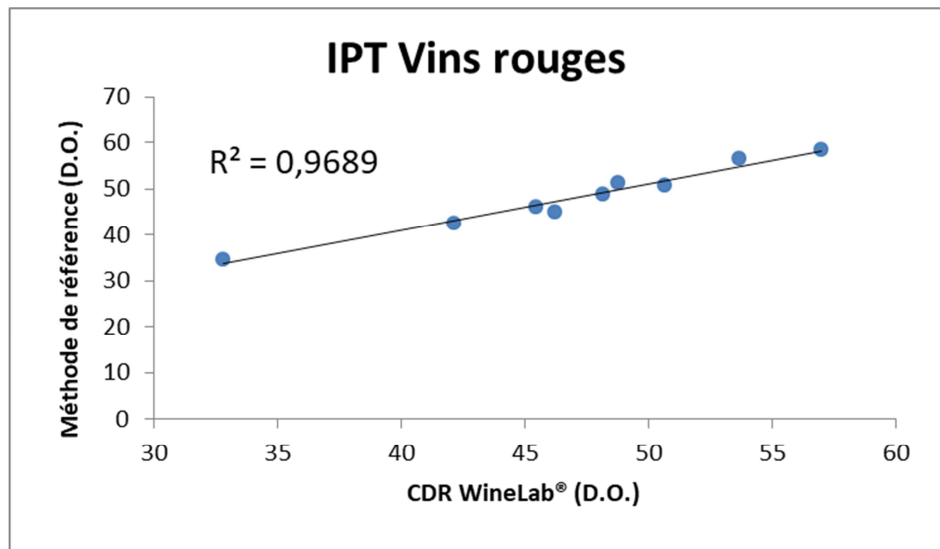


Figure 10.1: Corrélation entre CDR WineLab® et méthode de référence.

La concentration en polyphénols totaux est très variable selon les vins. L'instrument CDR WineLab® dispose de deux courbes d'étalonnage différentes, une pour les vins rouges et une pour les vins blancs. Pour cette raison, on reporte deux courbes de corrélation qui sont très bonnes dans les deux cas (Vin rouge: $R^2 = 0,9689$; Vin Blanc: $R^2 = 0,9464$).

Le coefficient de corrélation R dans le cas du vin blanc est plus faible. Cependant, nous devons considérer que les valeurs obtenues à partir de l'analyse du vin blanc ne couvrent pas une large gamme de valeurs, ce qui a une influence négative sur l'estimation de la corrélation.

Il convient de noter que la corrélation obtenue a été calculée en éliminant l'échantillon 16 de l'ensemble des données, car il était considéré comme une valeur aberrante qui faisait varier le coefficient R de manière significative.

10.3 Évaluation de la répétabilité de la méthode

La répétabilité et la reproductibilité de la méthode sont évaluées en effectuant 5 analyses consécutives pendant

5 jours de l'IPT présent dans l'échantillon de vin blanc sec 21-RT-003 envoyé par le circuit RT-LAB en février 2021 au CDR s.r.l., qui a fourni l'échantillon à l'Université de Florence pour effectuer le test.

Pour ce paramètre non plus, il n'existe pas de solutions standard commerciales et il a donc été choisi de tester la répétabilité/reproductibilité de la mesure avec un échantillon d'un Ring Test.

Les valeurs indiquées dans les *tableaux 7.2 et 7.3* sont exprimées en mg/L d'acide gallique. Ce changement d'unité de mesure a été nécessaire pour comparer les valeurs obtenues avec la méthode CDR WineLab® et les résultats obtenus dans le Ring Test (193±66 mg/L d'acide gallique).

Il convient de noter que le système CDR WineLab® fournit des résultats à la fois en D.O. et en mg/L d'acide gallique et qu'aucune conversion n'a donc été nécessaire.

	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5
	141	140	139	141	142
	139	142	142	143	143
	142	142	140	144	142
	140	140	139	140	141
	140	144	140	142	143
Moyenne	140	142	140	142	142
Déviat ion standard	1	2	1	2	1

Tableau 10.2: Mesures de la concentration d'IPT obtenues de l'analyse de l'échantillon 21-RT-003 avec CDR WineLab®

Nbre total analyses	Valeur min. (mg/L*)	Valeur max. (mg/L*)	Moyenne (mg/L*)	Déviat ion standard (mg/L*)
25	139	144	141	2

*mg/L d'acide gallique

Tableau 10.3: Reproductibilité de la mesure d'IPT avec CDR WineLab®

La valeur moyenne mesurée avec CDR WineLab® de l'échantillon 21-RT-003 est de 141 mg/L ±4 mg/L. Le résultat obtenu semble avoir une bonne reproductibilité et répétabilité dans la mesure de l'IPT si on le compare à celui de la méthode prise comme référence (OIV-MA-AS323-04B). La valeur de l'IPT obtenue avec CDR WineLab® a résulté en accord avec les valeurs publiées de l'IPT du Ring Test.

11 CONCLUSIONS

Toutes les analyses testées avec l'instrumentation CDR WineLab® ont fourni des résultats statistiquement corrélés avec ceux obtenus avec les méthodes officielles.

Les limites de détection et la reproductibilité des analyses étaient comparables ou meilleures que celles obtenues avec les méthodes officielles.

Laboratoire d'Électrochimie Appliquée

Responsable: Prof. Massimo Innocenti

Via della Lastruccia 3 - 50019 Sesto Fiorentino (Florence - FI) Italie

Tél +39 055 4573102

e-mail minnocenti@unifi.it



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
FIRENZE

DIPARTIMENTO
DI CHIMICA
"UGO SCHIFF"

La méthode d'analyse dans le cas de l'instrumentation CDR WineLab® est très simple : pour chacune des analyses effectuées, la seule préparation de l'échantillon requise est le dégazage (si nécessaire). Alternativement, l'échantillon est utilisé tel quel, sauf pour l'analyse de la teneur en alcool, où une dilution est nécessaire, à effectuer à l'aide du kit spécial fourni. En ce qui concerne l'analyse proprement dite, l'instrument est très simple à utiliser, ne nécessite pas d'étalonnage et est prêt à être utilisé pour la mesure. L'opérateur est aidé par des instructions détaillées visibles sur l'écran tactile de l'instrument, présentes pour chaque méthode d'analyse. Cela permet une exécution facile de l'analyse, même par du personnel n'étant pas expert.

Tout le matériel nécessaire pour effectuer l'analyse est fourni dans des kits spécifiques par le fabricant.

Le système d'analyse CDR WineLab® permet également de réduire considérablement la consommation d'échantillons et de réactifs par rapport à certaines des méthodes officielles correspondantes, par exemple pour l'analyse de l'anhydride sulfureux libre et total.

Bibliographie

- P. Ribéreau-Gayon, D. Dubourdieu, B. Donèche, A. Lonvaud, Trattato di enologia I, Edagricole, 2010
- P. Ribéreau-Gayon, D. Dubourdieu, B. Donèche, A. Lonvaud, Trattato di enologia II, Edagricole, 2010
- www.cd rfoodlab.it

Responsable Laboratoire d'Électrochimie Appliquée
Prof. Massimo Innocenti

signature illisible

A handwritten signature in purple ink that reads 'Massimo Innocenti'.