

Rapport technique : Optimisation de l'analyse du soufre dans le vin - Méthodes officielles comparées au système CDR WineLab®

Dr. Francesca Bruni, chercheuse au CDR Chemical Lab « Francesco Bonicolini »

P2603

1. Le rôle stratégique du dioxyde de soufre dans l'œnologie moderne

Le dioxyde de soufre (SO_2) est le pilier fondamental de la stabilité œnologique. Il ne doit pas être considéré comme un simple additif, mais comme un agent multifonctionnel essentiel pour la protection antioxydante et la préservation microbiologique. Dans un contexte réglementaire et sanitaire de plus en plus strict - sachant qu'environ 75 % de l'exposition totale des adultes aux sulfites provient de la consommation de vin - la précision analytique est non seulement une obligation légale, mais aussi une garantie de qualité organoleptique.

D'un point de vue chimique, le dioxyde de soufre (SO_2) en solution aqueuse existe dans un équilibre complexe entre différentes formes. Dans le vin, à un pH typique (généralement compris entre 3,0 et 3,8), la fraction libre de SO_2 est composée à 92-99 % de l'ion bisulfite (HSO_3^-), tandis que le SO_2 moléculaire (la forme réellement active contre les micro-organismes et l'oxydation) ne représente qu'une petite minorité. Les vins déclarés "sans sulfites ajoutés" présentent des concentrations comprises entre 10 et 50 mg/l, qui sont naturellement produites par l'activité des levures au cours de la fermentation. La nécessité de contrôler ces concentrations impose une comparaison précise entre les différentes méthodes d'analyse disponibles.

2. Aperçu des méthodes officielles : complexité et contraintes opérationnelles

Les méthodes définies par l'Organisation internationale de la vigne et du vin (OIV) constituent la référence en matière de conformité légale. Cependant, leur application dans la routine de la cave nécessite des compétences techniques avancées et des installations de laboratoire complexes.

Les principaux protocoles officiels sont les suivants:

- **Aération/Oxydation (Méthode Rankine/Pocock - OIV-MA-AS323-04A):** Cette méthode déplace le SO_2 de l'échantillon acidifié par un flux d'air constant, fixé strictement à **1 L/min**, le transportant vers une solution de peroxyde d'hydrogène où il est oxydé en acide sulfurique et titré par la suite avec NaOH.

Bien que robuste et exempt d'interférence de matrice, il nécessite des flacons à fond rond, des condenseurs et une surveillance constante pour éviter les pertes de volatilité.

- **Titration iodométrique (méthode Ripper - OIV-MA-AS323-04B):** basé sur la réaction entre le bisulfite et l'iode en présence de sel d'amidon. Malgré sa rapidité, elle présente des critiques insurmontables dans la gestion de la précision : la couleur des vins rouges masque le point de couleur et la présence d'acide ascorbique réagit **quantitativement** avec l'iode, provoquant une surestimation systématique des données qui nécessite des analyses séparées pour être compensée.
- **Méthode moléculaire (OIV-MA-AS323-04C):** utilisée pour des déterminations spécifiques de la fraction gazeuse.

Points critiques des méthodes traditionnelles :

- **Installation et espace:** nécessité d'une verrerie volumineuse (extracteurs, burettes) et d'installations (gaz naturel pour les brûleurs ou les systèmes de chauffage).
- **Instabilité des réactifs:** Les solutions telles que l'iode ou le NaOH nécessitent une standardisation fréquente car elles se dégradent rapidement.
- **Temps d'utilisation:** La méthode AO prend environ 20 minutes par échantillon, ce qui fait du contrôle séquentiel de nombreux réservoirs un goulot d'étranglement logistique.

3. Simplifiez le processus analytique avec CDR WineLab®

Le système **CDR WineLab®** est conçu pour surmonter les contraintes du laboratoire traditionnel en intégrant la précision photométrique à la flexibilité opérationnelle "en interne". Le principe analytique pour la détermination du **dioxyde de soufre libre** et **total** est basé sur la réaction du dioxyde de soufre avec un **disulfure organique**; le développement de la couleur qui en résulte, mesuré à **420 nm**, est directement proportionnel à la concentration de SO_2 .

Le fonctionnement est optimisé pour le technicien de cave grâce à des procédures spécifiques à la matrice :

- **Vin tel quel** : analyse directe sans prétraitement.
- **Moûts** : Centrifugation ou filtration pour éliminer la turbidité.
- **Vins effervescents ou de fermentation** : Dégazage obligatoire par bain à ultrasons pour éliminer l'interférence du CO₂.

Le système utilise des kits de réactifs pré-infusés dans des tubes à essai prêts à l'emploi, ce qui permet d'éliminer l'erreur systématique résultant de l'utilisation de titrants dégradés, garantissant une reproductibilité supérieure à celle des méthodes manuelles où la préparation des réactifs est une variable critique.

4. Analyse comparative : Efficacité temporelle et facilité d'utilisation

L'efficacité analytique est une variable économique : le SO₂ remplit sa fonction de manière "sacrificielle", en diminuant au fil du temps en fonction du type de fermeture, de l'oxygène dans l'espace de tête et des conditions de stockage. Un contrôle rapide permet d'éviter la décroissance en dessous des seuils de sécurité microbiologique.

Paramètres	Méthode d'aération / oxydation (AO)	CDR WineLab®
Durée du test	~20 min / échantillon	1 min (Totale) / 2 min (Libre)
Sessions simultanées	Unique (séquentielle)	Jusqu'à 16 échantillons
Compétences techniques	Technicien de laboratoire expérimenté	Opérateur de cave (méthode guidée)
Interférences	Minimes, mais débit critique (1 L/min)	Absent (couleur, acide ascorbique)
Traitement de l'échantillon	Complexe (acidification/chauffage)	Centrifugeuse/Ultrasons (si nécessaire)

La possibilité, offerte par CDR WineLab®, d'analyser jusqu'à 16 échantillons simultanément permet d'optimiser un protocole de contrôle de qualité interne, à la portée de toute entreprise. Alors que les méthodes officielles font du contrôle capillaire après la mise en bouteille un lourd fardeau, CDR WineLab® permet d'agir en temps réel. Cela empêche le vin d'entrer dans la "zone dangereuse" de l'altération oxydative, permettant des corrections immédiates avant que les dommages sensoriels ne deviennent irréversibles.

5. Validation et fiabilité des données analytiques

Le système CDR WineLab® permet donc un flux de travail entièrement optimisé où la rapidité et la simplicité ne sont pas au détriment de la précision : des **études de corrélation menées par l'Université de Florence** ont confirmé l'excellente linéarité du système par rapport aux méthodes de référence de l'OIV.

Analyse	Plage de mesure	Résolution	Répétabilité
SO ₂ Libre	1 - 60 mg/L	1 mg/L	2 mg/L
SO ₂ Totale (blanc)	15 - 250 mg/L	1 mg/L	4 mg/L
SO ₂ Totale (rouge)	20 - 250 mg/L	1 mg/L	6 mg/L

Le système démontre une robustesse particulière sur les vins rouges, où il élimine l'erreur de lecture de la couleur typique de la méthode Ripper, et sur les moûts, grâce à la standardisation des protocoles de prétraitement (centrifugation/filtration). La polyvalence et la robustesse analytique de la méthode permettent de suivre l'ensemble du processus de vinification, depuis le moût jusqu'à la mise en bouteille du vin.

6. Conclusions : L'impact sur la gestion de la cave

L'intégration d'un système tel que **CDR WineLab®** permet de transformer le laboratoire d'un centre de coûts réactif en un véritable centre de décision stratégique. La modernisation de l'analyse du vin se traduit par trois piliers opérationnels :

1. **rapidité et autonomie**: résultats immédiats sans dépendance à l'égard de laboratoires externes, ce qui est crucial lors de la mise en bouteille.

2. **simplicité des procédures**: réduction du risque d'erreur humaine grâce à des réactifs prêts à l'emploi et des systèmes d'échantillonnage standardisés (ultrasons/centrifugeuse).

3. **durabilité et précision**: conformément à la résolution **631-2020** de l'OIV-OENO, le contrôle fréquent permet de réduire les doses globales de sulfites, répondant ainsi à la demande de vins plus naturels et plus sains.

En conclusion, l'adoption de technologies photométriques avancées pour la détermination du **dioxyde de soufre libre et total** permet une gestion dynamique du dosage, garantissant la stabilité du produit final et le respect total des limites légales internationales, élevant ainsi les normes de contrôle de la cave moderne.