

DETECTION DE LA BETAINE ET RECHERCHE DE LA CHAPTALISATION

S. CHAUVET et P. SUDRAUD

Station Agronomique et Œnologique
Université de Bordeaux II
351, cours de la Libération, 33405 Talence (France)

Dans un précédent article (CHAUVET et SUDRAUD, 1975) nous avons mis au point une technique de recherche de la bétaine dans les vins dans le but de déceler une éventuelle chaptalisation et nous avons proposé cette méthode de recherche à l'Office International de la Vigne et du Vin. Peu de temps après, d'autres chercheurs ont également publié des travaux sur cette question, soit en utilisant une technique semblable par chromatographie en couche mince (Ministère des Finances, 1975), soit en appliquant à cette recherche la chromatographie en phase gazeuse (SIMAND, 1975) signalée pour la première fois un peu plus tôt (DUBOIS et DUPUY, 1974). Dans ces derniers travaux, il était signalé que des moûts et des vins naturels contenaient de petites quantités de bétaine. C'est pourquoi nous avons jugé utile d'effectuer la recherche de cette substance sur un certain nombre de vins, blancs et rouges, provenant de cépages bien identifiés afin d'infirmer ou de confirmer les conclusions de ces auteurs.

TECHNIQUE DE RECHERCHE

Tout en gardant le même principe de recherche de la bétaine, nous en avons légèrement modifié le mode opératoire et nous utilisons actuellement la technique décrite ci-dessous.

Principe : La méthode consiste à extraire la bétaine éventuellement présente dans le vin par fixation sur colonne échangeuse de cations puis élution par l'ammoniaque, concentration et purification grâce à une colonne mixte anions-cations. Le liquide concentré est ensuite chromatographié sur couches minces de silice et révélé par l'iode et le réactif de DRAGGEN-DORFF-SCHUTE modifié.

Réactifs :

Résine cationique Dowex 50 x 8 (50 — 100 mesh).

Résine mixte comportant Amberlite IRA-400 (OH⁻) (200-400 mesh) : 2 volumes et Amberlite CG 50 (H⁺) (50 — 100 mesh) : 1 volume.

Ammoniaque concentrée.

Ammoniaque à 2 p. 100.

Acétate basique de plomb solution saturée.

Sulfate de sodium solution saturée.
Silicagel H (20 g pour 40 ml d'eau).
Méthanol.
Iodure de potassium.
Iode à 80 g par litre.
Acide chlorhydrique concentré.

Réactif de DRAGGENDORFF SCHUTTE modifié :

<i>Solution mère</i> :	Iodure de potassium	7 g
	Acide chlorhydrique pur	1,5 ml
	Eau distillée	20 ml
	Acide chlorhydrique pur	1,5 ml

Porter à l'ébullition et ajouter à ce moment par petites quantités 2 g de sous-nitrate de bismuth. Laisser refroidir. Dissoudre ensuite 1,5 g d'iode dans le mélange. Amener à 35 ml avec de l'eau distillée.

Solution à vaporiser :

Eau distillée	10 ml
Acide chlorhydrique pur	1 ml
Solution mère	3 ml
Iode à 80 g par litre	1,5 ml
Eau distillée q.s.p	40 ml

MODE OPERATOIRE

Placer 30 ml de résine cationique dans une allonge à chromatographie constituée par un tube de verre de 1,8 à 2 cm de diamètre et d'une hauteur de 20 cm, le bas de la colonne contenant un petit tampon de laine de verre (la hauteur de la résine est d'environ 10 cm). Après avoir régénéré la résine sous forme H⁺ par l'acide chlorhydrique 2 N et l'avoir lavée à l'eau jusqu'à élimination des chlorures, faire passer 250 ml de vin amené à pH 3 à raison de 3 ml par minute ; puis laver abondamment jusqu'à élimination complète des sucres (ce lavage nécessite 0,5 litre d'eau distillée pour les vins rouges et blancs secs et 1 à 4 litres d'eau distillée pour les vins liquoreux) ; l'éluion de la bêtaïne est assurée par de l'ammoniaque à 2 p. 100 en quantité suffisante soit environ 400 ml suivie d'un rinçage par 400 ml d'eau distillée ; ces liquides sont rassemblés et évaporés d'abord à la pression atmosphérique puis sous vide à une température voisine de 100 °C jusqu'à un volume de 25 ml environ ; ce liquide concentré, additionné des eaux de rinçage du ballon où l'on a effectué l'évaporation, est ramené à pH 7, et ensuite passé sur la colonne de résine mixte anions-cations pour éliminer certaines substances parasites ; la bêtaïne n'est pas retenue par cette résine et le liquide, additionné des eaux de rinçage (environ 200 ml) est traité par 0,5 ml d'acétate basique de plomb et 0,5 ml de sulfate de sodium pour éliminer l'excès de polyphénols (cette dernière purification est nécessaire lorsque le liquide sortant de la 2^e colon-

ne est coloré ; elle est souvent inutile pour les vins blancs et généralement indispensable pour les vins rouges) ; le précipité formé est retenu sur un filtre sans cendre et le liquide est à nouveau concentré sous vide jusqu'à siccité ; on reprend ensuite ce résidu sec par 1 ml de méthanol.

30 et 60 μ l de ce liquide sont alors déposés en un point, sur une plaque de silicagel H de 0,25 mm d'épaisseur, à l'aide d'une micro-seringue de 100 μ l. La plaque est placée dans la cuve contenant comme solvant le mélange méthanol-ammoniaque concentré (10 : 1) et on laisse le chromatogramme se développer deux fois consécutives en séchant après la première migration. La plaque est séchée soigneusement sous courant d'air chaud puis vaporisée le plus régulièrement possible avec le réactif. Après séchage la bétaine se révèle sous forme d'une tache orangée brune.

On dépose sur la plaque, à côté du liquide à étudier, des spots d'une solution synthétique de bétaine de concentration connue, généralement à 2, 3, 4 et 5 g par litre. Dans ces conditions on peut estimer la quantité de bétaine contenue dans le vin à analyser en tenant compte évidemment du coefficient de concentration (généralement 250).

RESULTATS OBTENUS ET CONSEQUENCES

Afin d'être sûr de posséder des échantillons de vins exempts de toute addition de sucre, nous avons récolté aux vendanges 1975 et 1976, différents cépages blancs et rouges de la collection du Centre de Recherches Agronomiques du Sud-Ouest.

Les raisins blancs ont été pressés et vinifiés en blanc, les raisins rouges ont été foulés et vinifiés avec macération ; dans tous les cas la fermentation a été menée à des températures voisines de 20 °C pour les vins blancs et de 28 °C pour les vins rouges ; après épuisement du sucre les vins ont été soutirés ou écoulés et sulfités pour en assurer la conservation.

Dans le tableau, nous avons fait figurer les résultats obtenus avec tous les échantillons analysés en 1975 et 1976. A l'examen des chiffres figurant sur ce tableau on s'aperçoit que la valeur moyenne des teneurs en bétaine est assez constante quelle que soit l'année ou la couleur du vin. En effet, les valeurs moyennes correspondant aux vins provenant des mêmes cépages bien entendu sont de 1,4 mg par litre pour les vins rouges en 1975 et 1976 et 1,7 g par litre en 1975 et 1,4 mg par litre en 1976 pour les vins blancs.

Par contre, les variations des teneurs en bétaine sont assez importantes allant de 0 à 5 mg par litre en fonction des cépages et des années. Si certains cépages paraissent contenir des teneurs voisines en 1975 et 1976 (Chenin, Muscadelle, Pinot blanc, Cabernet-Sauvignon) d'autres présentent des écarts très importants (Aligoté, Petit Verdot, Tannat). Nous avons trouvé seulement deux cépages n'ayant pas de bétaine en 1975 et 1976, l'Ugni blanc et le Carignan.

En conséquence, il est pratiquement impossible de déceler une chaptalisation par la seule présence de bétanine. Bien sûr si l'on trouve des teneurs supérieures à 5 mg par litre on peut avoir un doute sérieux mais l'augmentation de la teneur en bétanine par addition de sucre de betterave est de plus en plus faible, car les industries sucrières ont amélioré sensiblement leur technique de raffinage du sucre à telle enseigne que les teneurs en bétanine de sucres examinés par le Laboratoire des Finances et par nous-mêmes sont presque toutes inférieures à 50 mg/kg et souvent inférieures à 20 mg/kg.

Teneur en bétanine de vins provenant de différents cépages

(Les résultats sont exprimés en mg/l)

Cépages	Bétanine		Cépages	Bétanine	
	1975	1976		1975	1976
VINS BLANCS					
Aligoté	1	4,5	Muscats	1,5	—
Baroque	4	—	Pinot blanc	2	2
Chardonnay	2,5	1	Pinot gris	4	—
Chasselas	2,5	—	Riesling	4	—
Chenin	2	2	Sauvignon	1,5	3
Clairette de Provence	0	—	Sémillon	0	—
Colombard	2	1	Sylvaner	4	—
Grenache	2,5	1	Traminer	3	—
Maccabeu	3	—	Ugni blanc	0	0
Mauzac	1	—			
Melon	2,5	—			
Merlot blanc	1	—	Baco 22 A	3	—
Muscadelle	1,5	1	Noah	1	—
VINS ROUGES					
Alicante	0	—	Mourvèdre	1,5	—
Cabernet franc	0	2	Petit Verdot	0	5
Aramon	2,5	1	Pinot noir	1,5	—
Cabernet- Sauvignon	2	3	Syrah	2	0
Carignan	0	0	Tannat	4	2
Cinsaut	0	1			
Gamay Fréaux	1,5	—	Couderc 71-20	0	—
Grenache noir	2	0	Othello	0	—
Grapput	0	—	Seibel 54-55	0	—
Merlot noir	—	0	Seyve Villard 18315	3	—

CONCLUSION

La recherche de la bétaine par chromatographie en couche mince est une opération longue et délicate mais qui donne de bons résultats avec une précision permettant de déceler environ 1 mg par litre. Cette technique a permis de mettre en évidence dans la majorité de vins élaborés par nos soins, la présence de bétaine, les teneurs allant de 0 à 5 mg par litre, avec des variations assez importantes en fonction des cépages et des années. La présence de cette substance dans les vins naturels rend très alléatoire, sinon impossible, la recherche de la chaptalisation par la caractérisation de la bétaine.

Manuscrit reçu le 28 novembre 1977.

REMERCIEMENTS

Nous remercions bien vivement M. POUGET, Directeur de la Station de Viticulture du Centre de Recherches Agronomiques du Sud-Ouest pour son aimable collaboration.

RESUMÉ

Les auteurs présentent une technique légèrement modifiée de recherche de la bétaine par chromatographie sur couches minces et son application à des vins issus de différents cépages blancs et rouges 1975 et 1976 ; dans la plupart des cas des petites quantités de bétaine existent naturellement dans les vins.

SUMMARY

In that work, a method of investigation of betain by thinlayer-chromatography and its application to wines of different white and red varieties is described ; most of them contain small amounts of betain, which occurs naturally in wines.

ZUSAMMENFASSUNG

Die Autoren präsentieren für das Betain eine leicht abgeändert Forschungstechnik durch Dünnschichtchromatographie und deren Anwendung auf Weine aus verschiedenen Rebarten — weiss und rot — der Jahrgänge 1975 und 1976 ; in den meisten Fällen existieren kleinere Mengen von Betain in natürlichem Zustand in den Weinen.

RESUMEN

Los autores presentan una tecnica legeramente modificada de investigación de la betaina por cromatografía en capa delgada, y su aplicación a vinos procedentes de diferentes variedades blancas y rojas de 1975 y 1976 ; en el mayor numero de los casos, existe, naturalmente en los vinos, pequeñas cantidades de Betaina.

RIASSUNTO

Gli autori presentano una tecnica leggermente modificata di ricerca della Betaina per cromatografia su strati sottili e la sua applicazione a dei vini usciti

da differenti varietà bianche e rosse 1975 e 1976 ; nella più parte dei casi delle piccole quantità di betaina esiste naturalmente nei vini.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- CHAUVET S. et SUDRAUD P., 1975. La recherche de la chaptalisation des vins par la recherche de la bétaine. *Connaissance Vigne Vin*, **9**, n° 1, 35-41.
- DUBOIS P. et DUPUY P., 1974. Recherche analytique de la bétaine dans un jus de raisin. *C.R. Acad. Agric.*, **60**, 1, 62.
- SIMAND Ph., 1975. Mémoire E.N.I.T.A., Dijon. *Bulletin Service Laboratoires Ministère des Finances*, 1975, juillet, 75-B-40.