NOTE DE LABORATOIRE

METHODE DE RECHERCHE DE TRES FAIBLES QUANTITES D'ACIDE SORBIQUE DANS LES VINS

D. CHRETIEN, L. PEREZ et P. SUDRAUD

Station Agronomique et Œnologique de Bordeaux
351, cours de la Libération, 33405 Talence Cedex

L'utilisation de l'acide sorbique n'est pas autorisée dans tous les pays. Certains d'entre-eux, l'Autriche en particulier, refusent systématiquement les vins présentant même des traces de cet antiseptique. Il est donc nécessaire de posséder une méthode très sensible et spécifique pour rechercher ce produit même si elle est sans intérêt sur le plan technologique.

La technique de recherche globale des antiseptiques par chromatographie en couche mince proposée par Mme JUNGE (1967, 1970) est intéressante. Elle est sensible (elle permet de déceler 5 mg d'acide sorbique par litre), et spécifique. Mais elle est assez longue et nécessite un volume de vin relativement important ; de plus la concentration sous vide de l'extrait éthéré exige un matériel que ne possèdent pas tous les laboratoires privés. La technique de chromatographie sur papier préconisée par GUIMBERTEAU (1962) manque de sensibilité car elle permet difficilement de descendre au-dessous de 20 mg par litre. La méthode de dosage par entraînement à la vapeur et spectrophotométrie dans l'ultra-violet est également critiquable pour de très faibles doses. D'une part, elle n'est pas rigoureusement spécifique et d'autre part les valeurs de densité optique faibles sont difficiles à interpréter ; d'ailleurs nombreux sont les vins qui donnent une très faible valeur de densité optique à 256 nm en l'absence de toute addition d'acide sorbique; la modification proposée par MANDROU et *al.* (1975) pour de faibles traces d'acide sorbique complique le mode opératoire et augmente sensiblement la durée du dosage. Les méthodes par chromatographie en phase gazeuse sont assez délicates pour de faibles teneurs (BERTRAND et SARRE, 1975 et 1978) ou bien longues et nécessitant un important volume de vin (BANDION, 1974 et 1979) pour atteindre une sensibilité très grande (1 mg par litre).

Nous avons donc depuis quelques mois mis en œuvre une technique semblable à celle préconisée par GUIMBERTEAU mais utilisant la chromatographie en couche mince comme méthode de séparation.

METHODE PROPOSEE

Matériels et réactifs.

Lampe à ultra-violet à 254 nm.

Plaques pour chromatographie en couche mince de polyamide sur feuille d'aluminium contenant un indicateur de fluorescence (par exemple polyamide 11 F 254 de chez Merck) d'épaisseur de couche 0.15 mm.

Micropipette de 5 µl ou microseringue de 1 ou 10 µl.

Acide sulfurique 1/3 (V/V).

Ether sulfurique.

Acide sorbique en solution hydroalcoolique (10 p. 100 d'éthanol environ en volume) à 20 mg par litre.

Solvant : hexane, pentane, acide acétique (20-20-3).

Mode opératoire :

Dans un tube à essai de 25 ml environ bouchant à l'émeri, on place 10 ml de vin, 1 ml d'acide sulfurique 1/3 et 5 ml d'éther sulfurique. On agite avec précaution par retournement successifs et on laisse décanter les deux phases. On prélève 5 µl de la phase éthérée que l'on dépose à 2 cm du bord inférieur de la plaque. On opère de la même façon avec des solutions d'acide sorbique de 2, 4, 6, 8 et 10 mg par litre, obtenues par dilution à partir de la solution à 20 mg par litre. Les points d'application des extraits éthérés doivent être distants de 2 cm.

La plaque est placée dans une cuve parallélépipédique pour chromatographie en couche mince, son bord inférieur plongeant dans environ 0,5 cm de solvant. On laisse le chromatogramme se développer sur 12-15 cm ce qui demande environ 30 minutes, puis la plaque est séchée sous un courant d'air froid provoqué par un ventilateur.

Après dessication complète, on examine la plaque sous une lampe à ultra-violet de courte longueur d'onde, 254 nm ; les taches d'acide sorbique apparaissent en violet sombre sur fond jaune fluorescent ; on peut ainsi facilement détecter une teneur de 2 mg par litre et en doublant la quantité d'extrait éthéré déposé (10 µl au lieu de 5 µl) une quantité de 1 mg par litre) d'acide sorbique est nettement perceptible. De même en déposant sur la plaque des quantité plus faibles, à l'aide d'une microseringue pour chromatographie en phase gazeuse par exemple, 0,5 ou 1 µl on peut estimer la quantité d'acide sorbique contenu dans un vin normalement traité.

CONCLUSIONS

Afin de détecter de faibles quantités d'acide sorbique éventuellement présentes dans les vins, nous décrivons une méthode par chromatogra-

phie en couche mince permettant de mettre en évidence la présence des teneurs très faibles, de l'ordre de 1 mg par litre de cet antiseptique. Cette technique très rapide et très simple permet en particulier de confirmer si les faibles teneurs trouvées lors du dosage par entraînement à la vapeur et absorption dans l'ultra-violet correspondent réellement à de l'acide sorbique et ne proviennent pas d'un artéfact donné par d'autres substances absorbant à 256 nm.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

BANDION F., 1974. Zum Nachweiss von Sorbinsäure in wein. *Mitt Klosterneuburg*, **24**, 259-264.

BANDION F., 1979. Mise en évidence d'acide sorbique dans le vin. *Feuillets verts O.I.V.*, n° 683.

BERTRAND A. et SARRE Ch., 1975. Dosage de l'acide sorbique par chromatographie en phase gazeuse. *Connaissance Vigne Vin*, **9**, n° 4, 267-272.

BERTRAND A. et SARRE Ch., 1978. Dosage de l'acide sorbique par chromatographie en phase gazeuse. *Feuillets verts O.I.V.*, n° 654.

GUIMBERTEAU G., 1962. Méthode pratique de caractérisation et d'estimation de l'acide sorbique dans les vins. *Ind. Alim. Agric.*, **79**, n° 2, 99-101.

JUNGE Ch. 1970. Recherche de produits conservateurs par chromatographie sur couche mince. *Feuillets verts O.I.V.*, n° 350.

MANDROU B., ROUX E. et BRUN S., 1975. Constituants volatils pertubant le dosage de l'acide sorbique dans les vins, fruits et produits dérivés *Ann. Fals Chim.*, n° 725, 29-48.