

Résumé

Le but de ce travail est d'établir l'importance de l'acétate d'éthyle dans la quantification de l'acidité volatile avec la méthode officielle de l'OIV et de déterminer les acteurs de l'acidité volatile.

Deux méthodes d'analyse par entraînement à la vapeur ont été testées selon les critères de l'OIV. Après validation, l'acétate d'éthyle dans un vin modèle (4 g.L⁻¹ acide tartrique, 12% TAV et 3,5 de pH) a été quantifié par entraînement à la vapeur et mesuré par NaOH N/10 ainsi que par GC-FID afin de déterminer les concentrations d'acétate d'éthyle qui passent dans les distillats. La concentration de l'acide acétique, formé par hydrolyse de son ester (acétate d'éthyle) durant la distillation ou par titration par NaOH N/10, pourra être comparée aux concentrations des distillats d'acétate d'éthyle mesurés par GC-FID. Ensuite, des échantillons de vin ont été analysés par Cazenave-Ferré pour quantifier l'acidité volatile et par méthode enzymatique afin de déterminer l'acide acétique. Ces analyses permettent de mettre en lien la corrélation de l'acidité volatile et de l'acide acétique. Pour finir, la concentration d'acétate d'éthyle a été suivie par analyse GC-FID après avoir mis 0,024 mol.L⁻¹ d'acétate d'éthyle dans chaque échantillon de vin, durant 5 mois. Des analyses complémentaires ont été réalisées pour suivre l'évolution de l'hydrolyse par les mesures d'acide acétique par méthode enzymatique.

Les résultats de l'acétate d'éthyle, n'ont pas été concluants. Les concentrations d'acétate d'éthyle ne sont pas mesurées par la méthode officielle de l'OIV pour l'évaluation de l'acidité volatile. Les essais d'hydrolyse sont à perfectionner. Les résultats ont soulevé d'autres questions ou du moins des voies d'amélioration. Les analyses d'acide acétique et d'acidité volatile sont concluantes. D'après les résultats, la grande majorité de l'acidité volatile reste l'acide acétique qui la compose à 94%. Au final, la méthode par entraînement à la vapeur reste un bon indicateur s'il y a des montées d'acide acétique. Sinon, l'HPLC ou la méthode enzymatique sont très fiables pour mesurer l'acide acétique. Cependant, l'entraînement à la vapeur pour quantifier l'acidité volatile n'est pas envisageable quand il y a de l'acétate d'éthyle. En effet, l'ester n'est pas quantifiable, il faut demander une analyse sur GC-FID. Cette analyse permet de quantifier à 100% l'acétate d'éthyle dans les vins.

Abstract

The aim of this work is to establish the importance of ethyl acetate in the quantification of volatile acidity using the official OIV method, and to determine the contributors involved in volatile acidity.

Two vapour entrainment methods were tested according to OIV criteria. After validation, ethyl acetate in a model wine (4 g.L⁻¹ tartaric acid, 12% TAV and 3.5 pH) was quantified by steam stripping and measured by NaOH N/10 as well as by GC-FID to determine the concentrations of ethyl acetate passing into the distillates. The concentration of acetic acid, formed by hydrolysis of its ester (ethyl acetate) during distillation or by titration with NaOH N/10, can be compared with the concentrations of ethyl acetate distillates measured by GC-FID. Then, wine samples were analyzed by Cazenave-Ferré to quantify volatile acidity, and by enzymatic methods to determine acetic acid. These analyses enabled to establish the correlation of volatile acidity and acetic acid. Finally, the concentration of ethyl acetate was monitored by GC-FID analysis after adding 0.024 mol.L⁻¹ of ethyl acetate to each wine sample over a 5-month period. Complementary analyses were carried out to monitor the evolution of hydrolysis by acetic acid measures by enzymatic method.

Results for ethyl acetate were not conclusive. Ethyl acetate concentrations are not measured by the official OIV method for assessing volatile acidity. Hydrolysis tests need to be perfected. The results raised further questions, or at least avenues for improvement. The acetic acid and volatile acidity analyses were conclusive. According to the results, the large majority of volatile acidity remains acetic acid, which accounts for 94%. In the end, the vapour entrainment method remains a good indicator if acetic acid rises. Otherwise, HPLC or the enzymatic method are very reliable for measuring acetic acid. However, steam stripping to quantify volatile acidity is not an option when ethyl acetate is present. In fact, since the ester cannot be quantified, a GC-FID analysis must be requested. This analysis enables 100% quantification of ethyl acetate in wines.