



HAL
open science

Analyse des phénols volatils dans les vins par HS-SPME-GC/MS-SIM

Marie-Claire Perello, Julien Allard, Gilles de Revel

► **To cite this version:**

Marie-Claire Perello, Julien Allard, Gilles de Revel. Analyse des phénols volatils dans les vins par HS-SPME-GC/MS-SIM. 8. Symposium International d'Enologie "Eno 2007", Jun 2007, Talence, France. 1 p., 2007. hal-02824548

HAL Id: hal-02824548

<https://hal.inrae.fr/hal-02824548>

Submitted on 6 Jun 2020

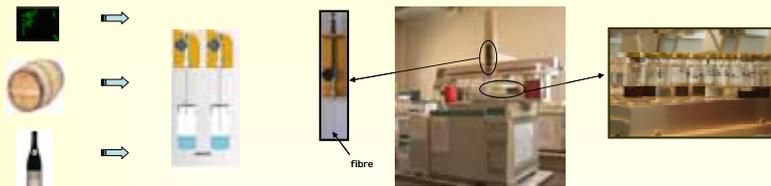
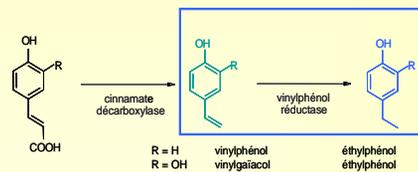
HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Marie Claire Perello, Julien Allard, Gilles de Revel
 UMR 1219 œnologie, Université Victor Segalen Bordeaux 2, INRA, ISVV
 Faculté d'œnologie, 351 Cours de la Libération, F-33405 Talence, FRANCE.
 revel@œnologie.u-bordeaux.fr

Objectif :

Afin d'assurer un contrôle qualité optimal dans les entreprises, il a été développé une méthode rapide permettant de mesurer simultanément les composés responsables du **goût phénolé**. Cette méthode est simple à mettre en œuvre et ne nécessite qu'un volume faible d'échantillon. Elle est donc adaptée à un contrôle fréquent, assurant une veille permanente de la qualité des vins lors de leur **élaboration**, de leur **élevage** et de leur **conservation**.



Défauts	Molécules	Seuil de perception olfactif dans le vin
Sueur de cheval, écurie	4-Ethylphénol	400 µg/L
pharmaceutique, épice	4-Ethylgalaïcol	50 µg/L
Gouache, pharmaceutique	4-Vinylphénol	1500 µg/L
pharmaceutique	4-Vinylgalaïcol	400 µg/L

Méthode :

La Micro Extraction en Phase Solide (SPME) est une technique ne nécessitant pas de solvant. Elle repose sur la partition des composés d'intérêt entre la matrice de l'échantillon et une phase polymérique +/- spécifique supportée par une fibre en silice.

Préparation de l'échantillon

- 10 ml de vin
- 10 µl d'étalon interne (4-éthyl phénol d₁₀)
- Saturé en NaCl (3,5 g)

Conditions d'extraction par SPME en mode headspace

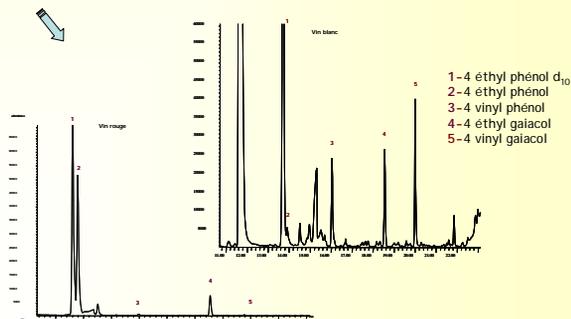
Fibre	Conditions d'adsorption		Conditions de désorption	
	Temps (min)	Température (°C)	Temps (min)	Température (°C)
Polyacrylate 85 µm	50	50	5	250

Conditions chromatographiques

Colonne : HP5 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm
 60°C à 125 °C à raison de 3 °C/min,
 125 °C à 220 °C à raison de 5 °C/min,
 et 10 min à 220 °C

Détection par spectrométrie de masse - SIM

- 4-EP : 107 ; 122 - 4-EG : 137 ; 152
- 4-VP : 91 ; 120 - 4-VG : 107 ; 135 ; 150
- 4-EP-d₁₀ : 113 ; 131



Tabl. 1 Répétabilité et limite de quantification

	Coeff. Variation	LO (µg/L)
4-Ethylphénol	1,4 %	0,11
4-Ethylgalaïcol	2,6 %	0,05
4-Vinylphénol	16 %	3,4
4-Vinylgalaïcol	7 %	2,5

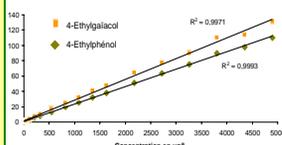


Fig.1 Linéarité pour 4-EP et 4-EG

Applications :

La très grande facilité d'analyse de cette méthode contribue à une connaissance accrue de la fréquence d'apparition des phénols dans les vins et ceci au niveau même des propriétés ou des centres de production. Dans la figure 2, l'analyse de vins blancs d'origine différente permet de montrer la permanence des vinylphénols. Certains vins blancs présentent également des concentrations en 4-EP et 4-EG non négligeables.

L'évaluation des phénols volatils en bouteilles (Fig. 3) peut renseigner sur l'origine de la contamination par *B. bruxellensis*, à la mise (château A) ou avant la mise (château B). Dans un autre exemple, nous montrons l'intérêt de connaître la composition en éthylphénols du vin sur un grand nombre de millésime (« verticale ») en relation avec des éléments sensoriels pas toujours concordants (Fig. 4).

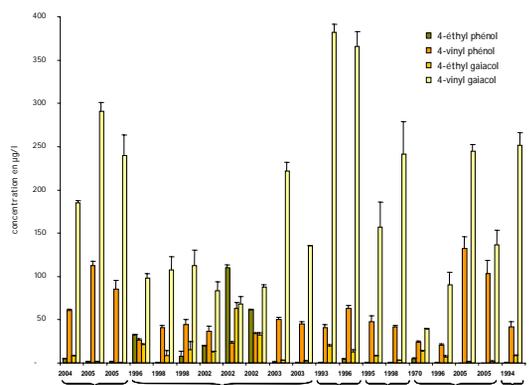


Fig. 2 : Recherche des phénols volatils dans des vins blancs

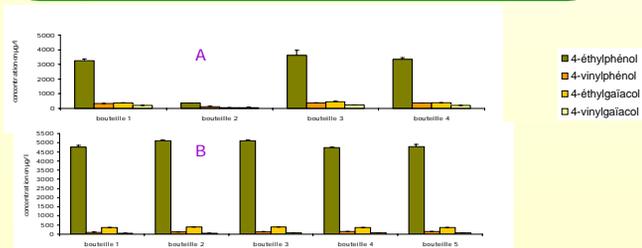


Fig. 3 : Analyse des phénols volatils dans plusieurs bouteilles d'un même vin contaminé par *B. bruxellensis* : A : à la mise en bouteilles (Côtes du Rhône), B : avant la mise (Madiran)

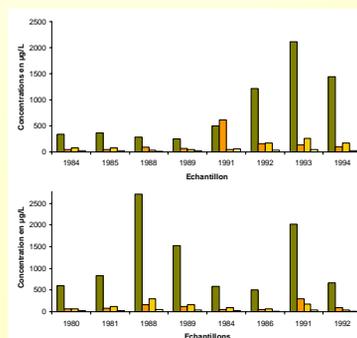


Fig. 4 : « Verticale » dans deux vins rouges du bordelais