

Wir begleiten
Ihre erfolgreiche
Getränkeherstellung

**SCHLISSMANN
SCHWÄBISCH HALL**



Tel. 07 91 - 9 71 91-0 • Fax 9 71 91-25
C. Schliessmann Kellerei-Chemie GmbH & Co.KG
Auwiesenstr. 5 • D-74523 Schwäbisch Hall

Getränkeanalytik

Détermination du sucre selon le Dr. REBELEIN

Version 05_2018

Page 1/4



Principe de la méthode :

La détermination des sucres réducteurs selon le Dr Rebelein est une méthode usuelle et éprouvée depuis plus de quatre décennies pour mesurer les sucres fermentescibles importants en termes de quantité dans les jus de fruits et les vins, à savoir le glucose, le fructose et - après inversion - le saccharose.

La base de la méthode est l'oxydation quantitative des sucres réducteurs à l'aide d'une solution alcaline de sulfate de cuivre. Le cuivre bivalent est réduit en oxyde de cuivre, le cuivre non consommé est transformé avec de l'iodure de potassium et l'iode ainsi formé est ensuite titré en retour avec du thiosulfate de sodium. L'observation précise du processus d'analyse, en particulier des conditions de chauffage, garantit le déroulement quantitatif des réactions chimiques et assure de manière déterminante la précision du résultat obtenu.

Limitations / perturbations de la méthode :

Les sucres également réducteurs, mais non fermentescibles, rhamnose et arabinose (dans le jus de raisin et le vin de raisin, environ 0,5 - 1,5g/L) et les colorants végétaux (flavonoïdes), en particulier dans les vins rouges foncés et les vins de fruits, peuvent donner des résultats légèrement supérieurs à ceux obtenus par les méthodes de référence officielles (enzymatico-photométrie ou HPLC) dans le même échantillon.

Pour cette raison, le rhamnose et l'arabinose dans le vin de raisin sont pris en compte en réduisant par calcul de 1g/L le résultat de Rebelein obtenu. Les flavonoïdes, qui peuvent simuler jusqu'à 4g de sucre par litre, surtout dans les vins rouges foncés, peuvent être éliminés par la simple préparation d'échantillon suivante :

Préparation de l'échantillon (nécessaire ou plutôt recommandée uniquement pour les vins rouges et les vins de fruits de couleur foncée) :

- Dans un erlenmeyer de 100mL, ajouter environ 5 g de PVPP (polyvinylpolypyrrolidone) à environ 50 mL de vin,
- Attendre 5 minutes, en agitant de temps en temps,
- Filtrer la préparation sur filtre plissé MN 615 ¼ ou SS 595 ½ dans un erlenmeyer propre de 100 mL,
- Effectuer le dosage des sucres dans le filtrat blanc, dont la couleur est affaiblie.

Détermination du sucre sans ou avec inversion ?

Le sucre inverti naturel (glucose, fructose) des échantillons exempts de saccharose est déterminé selon la méthode 1. Si l'échantillon contient du saccharose, celui-ci doit être préalablement inversé, c'est-à-dire scindé en glucose et fructose. L'inversion du saccharose et la détermination ultérieure du sucre inverti total s'effectuent selon la méthode 2.

Limites de détection de la méthode / dilution de l'échantillon :

Les boissons dont la teneur en sucre est inférieure ou égale à 28 g/L sont analysées sans être diluées (volume d'échantillon 2,0 mL). Le résultat est lu directement sur la burette "Sucre selon le Dr Rebelein", exprimé en sucre inverti en g/L.

Les boissons dont la teneur en sucre est supérieure à 28 g/L sont diluées comme suit avant l'analyse, puis 2,0 mL de cette dilution sont soumis à l'opération d'analyse. La multiplication de la valeur de la burette lue par le facteur de dilution donne mathématiquement la teneur en sucre de l'échantillon de boisson non dilué.

Fabrication de dilutions :

Boissons avec 28 - 56 g/L de sucre (**Facteur de dilution 2**):

Pipetter 25,0 mL de boisson dans une fiole jaugée de 50 mL, remplir d'eau distillée jusqu'à la marque et mélanger.

Boissons avec 56 - 112 g/L de sucre (**Facteur de dilution 4**):

Pipetter 25,0 mL de boisson dans une fiole jaugée de 100 mL, remplir d'eau distillée jusqu'à la marque et mélanger.

Boissons avec 112 - 224 g/L de sucre (**Facteur de dilution 8**):

Pipetter 25,0 mL de boisson dans une fiole jaugée de 200 mL, remplir d'eau distillée jusqu'à la marque et mélanger.

Boissons avec 224 - 560 g/L de sucre (**Facteur de dilution 20**):

Pipetter 10,0 mL de boisson dans une fiole jaugée de 200 mL, remplir d'eau distillée jusqu'à la marque et mélanger.

Variante alternative pour le domaine d'analyse 0 - 56 g/l de sucre :

Si, au lieu de 2,0 mL, on n'utilise que 1,0 mL de boisson non diluée pour l'analyse, cela correspond à une dilution de la boisson avec de l'eau dans un rapport 1:1. La valeur de la burette doit être multipliée par le facteur 2. Avec cette variante, on obtient une plage d'analyse sans dilution de 0 - 56 g/L de sucre. Cette méthode de travail est intéressante lorsque les valeurs de sucre se situent souvent dans la zone limite autour de 28 g/l de sucre.

Technique de pipetage correcte :

La mesure exacte de l'échantillon est déterminante pour la précision du résultat de l'analyse :

- Toujours pré-rincer la pipette avec le liquide à mesurer ;
- Aspirer le liquide à environ 2 cm au-dessus de la marque annulaire, sécher la pipette avec un tissu en cellulose ;
- Ajuster l'échantillon sur le repère en plaçant l'extrémité de la pipette contre la paroi d'un bécher spécialement préparé à cet effet pour évacuer l'excédent de liquide, puis l'essuyer ;
- Transférer l'échantillon sans perte dans l'erenmeyer préparé (placer la pointe de la pipette contre la paroi du ballon pour l'écoulement, souffler dans la pipette après environ 15 secondes et racler la pointe de la pipette).

Notre fiche d'information "**Indications concernant les outils de travail pour les méthodes d'analyse selon le Dr Rebelein**" donne des indications sur la manipulation correcte des burettes et des cylindres de dosage ainsi que sur l'élimination des déchets d'analyse.

Méthode 1 : détermination du sucre inverti naturel (sans inversion) :

- Préchauffer l'appareil de chauffage de laboratoire INFRAROT pendant environ 5 minutes.
- Vérifier les burettes. Le ménisque des solutions doit reposer sur la marque supérieure des burettes. Éliminer les gouttes des robinets des burettes. Remplir les cylindres de dosage.
- Dans un erlenmeyer de 200 mL, verser lentement 10,0 mL de "Zucker 1", racler le robinet de la burette sur la paroi interne du ballon.
- Ajouter 5 mL de " Zucker 2" (cylindre de dosage) et 5-8 pierres poncees.
- Ajouter **2,0 mL du liquide à analyser** (pipette pleine à souffler). Observer les indications relatives à la "technique de pipetage correcte" à la page 2 !
- Placer le ballon Erlenmeyer sur le chauffage de laboratoire INFRAROT chauffé, régler simultanément le réveil de laboratoire sur **2½ minutes**.
- } Une fois ce temps écoulé, retourner le capuchon en caoutchouc sur l'erlenmeyer, placer le ballon dans la boîte de Pétri et le refroidir avec de l'eau du robinet.
- Dans le liquide refroidi à température ambiante (après 2-3 min.), verser dans cet ordre 10 mL de " Zucker 3", " Zucker 4" et " Zucker 5" en basculant légèrement le piston (cylindre de dosage).
- Titrer le liquide d'un bleu profond avec du " Zucker 6" pour obtenir la teinte "jaune crème". Observer les "Remarques concernant le titrage" en bas de cette page !
- Lire la teneur en sucre du liquide à analyser sur la burette de titration. Si nécessaire, multiplier la valeur lue par le facteur de dilution (voir exemple de calcul ci-dessous !).
- Remplir les burettes pour la prochaine destination jusqu'à la marque de départ. Ne pas laisser les burettes totalement ou partiellement vides !

Exemple de calcul pour une dilution :

On a dilué 25 mL d'échantillon de boisson dans la fiole jaugée avec de l'eau jusqu'à 100 mL (facteur de dilution 4). La détermination du sucre dans cette dilution donne une lecture à la burette de 24,8 g/L. L'échantillon de boisson contient donc $24,8 \times 4 = 99,2$ g/L de sucre.

Remarques concernant le titrage :

Le liquide est d'un bleu profond avant le titrage. On ralentit le titrage, initialement rapide, dès que le liquide devient plus clair. Le point final est une couleur mixte blanc-gris-beige. Cette couleur est appelée "jaune crème" dans le jargon technique. Elle est difficile à caractériser, mais elle est facilement reconnaissable. Lorsque le titrage s'approche de la teinte mixte décrite, on note le niveau de la burette, on laisse tomber une autre goutte au centre de la surface du liquide et on observe si la zone d'incidence devient plus claire. Si ce n'est pas le cas, la valeur de burette précédente est valable. Si, au contraire, un nouvel éclaircissement se produit, on mélange en retournant la burette et on répète l'opération jusqu'à ce que la teinte reste constante.

Méthode 2 : détermination du sucre inverti naturel et du saccharose (avec inversion) :

- Dans un erlenmeyer de 200 mL, ajouter quelques pierres poncees, 10,0 mL de " Zucker 1", 2 mL de solution d'inversion (cylindre de dosage) et 2,0 mL d'échantillon à analyser.
- Placer le piston sur le chauffage de laboratoire INFRAROT chauffé et régler le réveil de laboratoire sur **2 minutes**.
- Une fois les 2 minutes écoulées, faire couler 5 mL de " Zucker 2" (cylindre de dosage) au milieu du liquide bouillant, sans retirer le piston de l'appareil.
- Retirer le réchauffeur de laboratoire INFRAROT.
- Régler le minuteur de laboratoire sur **2½ minutes** et laisser le liquide continuer à se séparer jusqu'à ce que ce temps soit écoulé.
- Continuer selon la méthode 1 à partir de }.
- Valeur de la burette lue = teneur en sucre après inversion en g/L ; **tenir compte de la dilution le cas échéant !**

Calcul du saccharose :

„Sucre avec Inversion“ – „Sucre sans Inversion“ x 0,95

Exemple:

Sucre avec Inversion	26,0 g/L
Sucre sans Inversion	- 22,0 g/L
Saccharose	<u>4,0 g/L x 0,95 = 3,8 g/l</u>

Calcul des sucres totaux :

„Sucre sans Inversion“ + Saccharose

Exemple:

Sucre sans Inversion	22,0 g/L
Saccharose	+ 3,8 g/L
Sucres totaux	<u>25,8 g/L</u>

Détermination de l'extrait sans sucre :

Extrait total - Saccharose - „Sucre sans Inversion“ + 1g/L (pour Arabinose et Rhamnose)

Exemple:

Extrait total	45,0 g/L
Saccharose	- 3,8 g/L
Sucre sans Inversion	- 22,0 g/L
	<u>19,2 g/L</u>
	+ 1,0 g/L
Extrait sans sucre	<u>20,2 g/L</u>

Titration à blanc pour le contrôle des solutions :

Procéder selon la méthode 1, mais utiliser comme liquide d'analyse 2,0 mL d'eau distillée. Le titrage doit donner une lecture de 0 g/l dans une tolérance ne dépassant pas $\pm 0,2$ g/l. Le titrage doit être effectué à l'aide d'une pipette.

Vérification de la puissance de chauffage de l'appareil de chauffage :

La puissance de chauffage d'un appareil de chauffage de laboratoire est suffisante pour les analyses selon le Dr Rebelein, lorsqu'il préchauffe 13mL d'eau dans un erlenmeyer ouvert de 200 mL et les évapore en quatre minutes jusqu'à un maximum de 3 mL.

Détermination du sucre selon Rebelein - Nomenclature -

Accessoires nécessaires* :

- 1 appareil de chauffage infrarouge de laboratoire (avec instructions)
- 1 Réveil de laboratoire -numérique

Appareil de distillation et de titrage :

- 1 trépied avec tige de trépied 600 x 12 mm pour burettes
- 1 porte-burette 10 - 10 / 12
- 1 burette Automatikus 10 ml TTS pour "Zucker 1"
- 1 burette Automatikus "sucre selon Dr. Rebelein" TTS pour " Zucker 6"
- 1 pipette 1 ml
- 2 pipettes 2 ml
- 2 pipettes de purge 10 ml
- 1 pipette de soufflage 25 ml
- 1 cylindre de dosage 5 ml pour " Zucker 2"
- 3 cylindres de dosage 10 ml pour " Zucker 3", " Zucker 4" et " Zucker 5".
- 2 erlenmeyers à col étroit 200 ml (ballons de réaction)
- 1 capuchon en caoutchouc taille 4a comme capuchon pour le ballon de réaction
- 1 boîte de Pétri d'env. 95 mm Ø
comme récipient de réglage pour la cuve de réaction lors du refroidissement à l'eau du robinet
- 1 flacon pulvérisateur en poly avec bouchon pulvérisateur 500 ml pour eau distillée
- 1 x pierres ponce pour l'analyse
- 1 cuillère pour pierres ponce
- 1 fiole jaugée de 50 ml avec bouchon en poly pour les dilutions
- 1 fiole jaugée 100 ml avec bouchon en poly pour les dilutions
- 1 fiole jaugée de 200 ml avec bouchon en poly pour les dilutions
- 1 dossier d'information

Équipement initial de réactifs* :

- Zucker 1 500 ml en bouteille poly
- Zucker 2 500 ml en bouteille poly
- Zucker 3 500 ml en bouteille poly
- Zucker 4 500 ml en bouteille poly
- Zucker 5 500 ml en bouteille poly
- Zucker 6 500 ml en bouteille poly

Besoin par analyse :

- (10,0 ml / Burette)
- (5 ml / cylindre de dosage)
- (10 ml / cylindre de dosage)
- (10 ml / cylindre de dosage)
- (10 ml / cylindre de dosage)
- (variable / Burette)

uniquement sur commande pour la détermination du sucre avec inversion* :

- 500 ml de solution d'inversion (2 n Acide sulfurique) (2 ml / cylindre de dosage)
en bouteille poly
- cylindre de dosage 2 ml

uniquement sur commande pour la préparation d'échantillons avec PVPP (pour les vins rouges extrêmement foncés)* :

- 45 g PVPP (Boîte à couvercle vissé)
- Entonnoir en plastique Ø 75 mm
- Filtre à plis MN 615 ¼, Ø 185 mm
- 2 Fioles erlenmeyer à col large 100 ml

Accessoires recommandés* :

- Égouttoir pour verres, fioles, cylindres
- Portoir pour pipettes en polypropylène

* Ces articles ne sont pas compris dans le prix total de l'appareil de distillation et de titration !