

# Développement et intérêt du dosage de la 3-isobutyl-2-méthoxypyrazine par SPME dans les baies de raisin, les moûts et les vins

Christelle Deytieux-Belleau, Céline Franc, Laurence Gény et Gilles de Revel

UMR 1219 œnologie - ISVV - Université Victor Segalen Bordeaux 2 - INRA  
Faculté d'œnologie, 351 cours de la Libération, F-33405 Talence Cedex - revel@u-bordeaux2.fr

Les pyrazines sont des molécules présentes à l'état naturel chez les végétaux et sont à l'origine de notes aromatiques végétales dans le domaine alimentaire. En particulier, la 3-isobutyl-2-méthoxypyrazine (IBMP), pyrazine majoritaire dans les vins, apporte un arôme poivron vert, perçu comme un défaut majeur lorsque sa concentration excède 15 ng/L.

L'IBMP se concentre dans les pellicules de raisin et diminue au cours de la maturation (Roujou, Thèse de doctorat, 2000). La quantification de ce composé dans la baie et sa libération dans le vin relève d'un enjeu important, puisque les teneurs en IBMP vont influencer la qualité des vins.

La méthode choisie, pour le dosage de l'IBMP, consiste en une extraction par SPME suivie d'une analyse par GC/MS en mode SIM. Ce procédé, sans solvant, est rapide et facile à mettre en œuvre. Il ne nécessite que 10 mL d'échantillon et est automatisé.

## Méthodologies

### 1. Préparation

#### A partir de baies :

- ▣ Erafilage, broyage des baies
- ▣ Centrifugation du broyat
- ▣ Filtration du surnageant
- ▣ Analyse du filtrat (10 mL)

#### A partir d'un moût :

- ▣ Analyse directe (10 ml)

#### A partir d'un vin :

- ▣ Dilution  $\frac{1}{2}$  par l'eau distillée

### 2. Prélèvement d'un volume précis



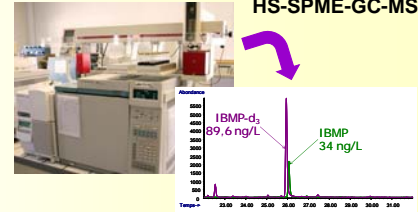
### 3. Ajout de l'étalon interne (IBMP-d<sub>3</sub>)



### 4. Ajustement à pH 7



### 5. Préparation du vial avec 3 g de NaCl

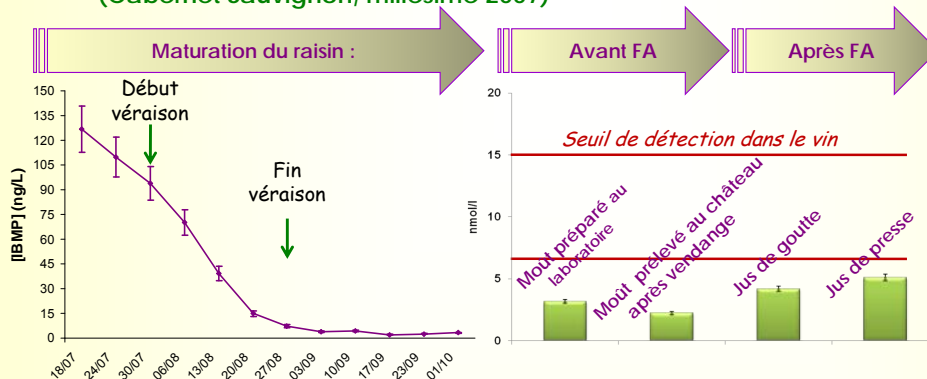


## Validation analytique :

- ✓ Limites de détection et quantification basses (0,8 et 2,5 ng/L respectivement)
- ✓ Linéarité dans la gamme de concentration étudiée (2 à 205 ng/L)
- ✓ Répétabilité excellente (10 extractions - injections) CV : 1%
- ✓ Reproductibilité acceptable (10 injections sur 6 semaines) CV : 14%
- ✓ Pas d'effet mémoire de la fibre

## Applications du dosage de l'IBMP

### 1- Évolution des teneurs en IBMP dans les baies et les vins issus de ces raisins (Cabernet Sauvignon, millésime 2007)



Les teneurs en IBMP diminuent régulièrement au cours de la maturation de la baie. Dès la fin véraison, la teneur dans les moûts est inférieure au seuil de perception olfactif dans les vins.

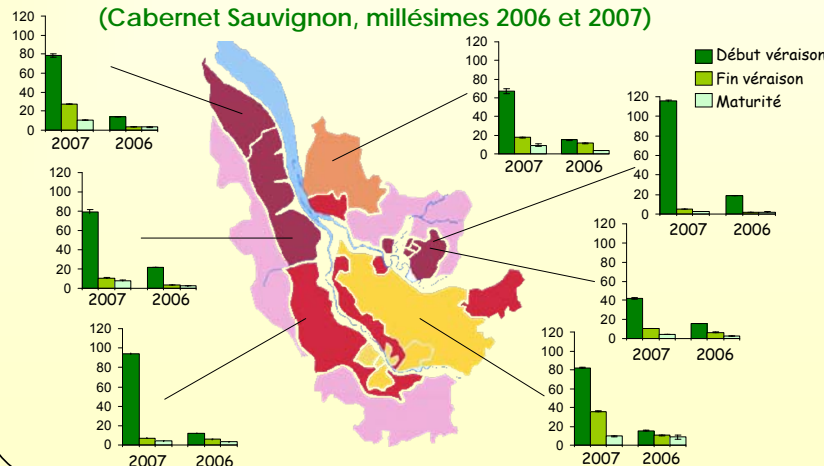
Les teneurs dans les moûts préparés au laboratoire à partir des baies mûres et celles dans le moût prélevé dans la cuve au château après la vendange sont équivalentes et inférieures au seuil dans les moûts (estimé à 7ng/L).

Ce résultat contribue à la validation de notre méthodologie de préparation du moût à partir de baies.

Après fermentation alcoolique (FA) les teneurs en IBMP sont légèrement augmentées, vraisemblablement du fait d'une extraction supplémentaire lors de la macération. Cependant, les teneurs restent toujours largement inférieures au seuil de perception dans le vin.

Ainsi, un dosage de l'IBMP dans des moûts préparés à partir des baies avant la récolte permet d'appréhender les teneurs que contiendra le vin correspondant.

### 2- Évaluation du caractère végétal dans les baies de raisin au niveau de la région bordelaise (Cabernet Sauvignon, millésimes 2006 et 2007)



Pour un même stade phénologique, les teneurs en IBMP étaient inférieures en 2006 par rapport à 2007. Toutefois, pour ces deux années, les concentrations en IBMP dans les moûts à maturité sont toujours inférieures au seuil de perception dans les vins.

L'accumulation et le croisement de ces données avec les conditions climatiques et les caractéristiques des sols permettent de mieux définir la maturité optimale.

Le dosage par SPME couplée à la GC-MS en mode SIM permet d'apporter une réponse rapide quant à la concentration en IBMP dans les moûts et les vins et constitue un outil de diagnostic supplémentaire pour déterminer la date de la vendange et adapter les conditions de vinification.