I

(Actes dont la publication est une condition de leur applicabilité)

RÈGLEMENT (CEE) n° 2984/78 DE LA COMMISSION

du 17 novembre 1978

déterminant des méthodes d'analyse communautaires applicables dans le secteur du vin et abrogeant le règlement (CEE) n° 1539/71

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 816/70 du Conseil, du 28 avril 1970, portant dispositions complémentaires en matière d'organisation commune du marché vitivinicole (1), modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 1861/78 (2), et notamment son article 39,

vu le règlement (CEE) n° 817/70 du Conseil, du 28 avril 1970, établissant des dispositions particulières relatives aux vins de qualité produits dans des régions déterminées (3), modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 2211/77 (4), et notamment son article 11 paragraphe 3,

considérant que l'article 39 paragraphe 2 du règlement (CEE) n° 817/70 prescrit l'adoption des méthodes d'analyse permettant d'établir la composition des produits visés à l'article 1er de ce règlement et les règles permettant d'établir si ces produits ont fait l'objet des traitements en violation des pratiques œnologiques autorisées ;

considérant que l'article 11 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 817/70 prévoit un examen analytique portant au minimum sur les valeurs des éléments caractéristiques du v.q.p.r.d. en cause, qui figurent parmi ceux énumérés à l'annexe dudit règlement ;

considérant que la surveillance des indications figurant sur les documents relatifs aux produits en cause rend nécessaire l'instauration de méthodes d'analyse uniformes assurant l'obtention de données précises et comparables ; que, en conséquence, ces méthodes doivent être obligatoires pour toute transaction commerciale et toute opération de contrôle ; que, toutefois, eu égard aux nécessités de contrôle et aux possibilités limitées du commerce, il convient d'admettre un nombre limité de procédés usuels permettant une détermination rapide et suffisamment sûre des éléments recherchés ;

considérant qu'il est utile de retenir comme méthodes celles bénéficiant d'une reconnaissance générale telles que les méthodes développées dans le cadre de la convention internationale pour l'unification des méthodes d'analyse et l'appréciation des vins de 1954 et qui sont visées à l'annexe du règlement (CEE) n° 1539/71 de la Commission, du 19 juillet 1971, déterminant des méthodes d'analyse communautaires applicables dans le secteur du vin (5) ;

considérant toutefois que le règlement (CEE) n° 1539/71 se réfère aux différentes méthodes d'analyse reconnues par ladite convention sans les décrire en détail ; que, dès lors, une grande partie des intéressés doivent comprendre ces méthodes dans une langue autre que leur langue officielle ; que ce fait constitue un obstacle considérable pour une bonne compréhension du droit communautaire ; qu'il convient en conséquence de publier à l'annexe du présent règlement toutes les méthodes d'analyse reconnues par le droit communautaire dans toutes les langues officielles de la Communauté ;

considérant que, en attendant l'adoption des dispositions communautaires en la matière, il est indispensable de permettre aux États membres, pour apprécier si un produit a fait l'objet de traitements

(1) JO n° L 99 du 5. 5. 1970, p. 1.
(2) JO n° L 215 du 4. 8. 1978, p. 1.
(3) JO n° L 99 du 5. 5. 1970, p. 20.
(4) JO n° L 256 du 7. 10. 1977, p. 1.
(5) JO n° L 163 du 21. 7. 1971, p. 41.

ou manipulations qui ne sont pas conformes aux dispositions communautaires, de déterminer les limites chiffrées des éléments présents caractérisant l'utilisation de certaines pratiques œnologiques et de prescrire l'utilisation de tableaux permettant la comparaison des données analytiques ; que, compte tenu de l'absence d'une méthode pour déterminer l'enrichissement abusif des vins, il est opportun d'autoriser les États membres à déterminer, jusqu'au 31 août 1979 au plus tard, l'extrait sec réduit par la méthode qu'ils ont utilisée avant le 19 juillet 1971 uniquement dans le cadre du contrôle du rapport alcool/extrait ; qu'il convient en conséquence d'abroger le règlement (CEE) n° 1539/71 ;

considérant que les mesures prévues au présent règlement sont conformes à l'avis du comité de gestion des vins,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

Article premier

1. Dans l'annexe du présent règlement figurent des méthodes communautaires permettant, en ce qui concerne les transactions commerciales et toute opération de contrôle,

— d'établir la composition des produits visés à l'article 1er du règlement (CEE) n° 816/70,

— de constater si ces produits ont fait l'objet de traitements en violation des pratiques œnologiques autorisées.

2. Pour les matières pour lesquelles des méthodes de référence et des méthodes usuelles sont fixées, les résultats obtenus par l'application des méthodes de référence prévalent.

3. Pour analyser les substances pour lesquelles aucune méthode d'analyse n'est prévue à l'annexe du présent règlement ou pour compléter ou étayer les résultats trouvés par la méthode de référence, les méthodes d'analyse visées à l'article 39 paragraphe 3 du règlement (CEE) n° 816/70 peuvent être appliquées.

4. Jusqu'à ce que des dispositions communautaires soient arrêtées concernant les limites chiffrées des éléments présents caractérisant l'utilisation des certaines pratiques œnologiques et des tableaux permettant la comparaison des données analytiques, les États membres peuvent, pour apprécier si un produit a fait l'objet de traitements ou manipulations qui ne sont pas conformes aux dispositions communautaires,

— déterminer les limites chiffrées des éléments présents dans ce produit,

— prescrire l'utilisation des tableaux permettant la comparaison des données analytiques,

— déterminer, au plus tard jusqu'au 31 août 1979, l'extrait sec réduit par la méthode qu'ils ont utilisée avant le 19 juillet 1971 uniquement dans le cadre du contrôle du rapport alcool/extrait.

Article 2

Le règlement (CEE) n° 1539/71 est abrogé.

Article 3

Le présent règlement entre en vigueur le 1er janvier 1979.

Le présent règlement est obligatoire dans tous ses éléments et directement applicable dans tout État membre.

Fait à Bruxelles, le 17 novembre 1978.

Par la Commission

Finn GUNDELACH

Vice-président

ANNEXE

1. MASSE VOLUMIQUE ET DENSITÉ RELATIVE À 20 DEGRÉS CELSIUS

1.1. DÉFINITIONS

La masse volumique et la densité relative du vin et du moût sont déterminées à 20 °C.

La masse volumique est le quotient de la masse d'un certain volume de vin ou de moût à 20 °C par ce volume. Elle s'exprime en grammes par centimètre cube (1) et son symbole est ϱ 20 °.

La densité relative est le rapport exprimé en nombre décimal de la masse volumique du vin (ou du moût) à 20 °C à la masse volumique de l'eau à la même température. Son symbole est d_{20}^{20} ou simplement d lorsqu'aucune confusion n'est possible.

Sur les certificats d'analyse, la caractéristique considérée est précisée en utilisant uniquement les symboles définis ci-dessus. Il est préférable de n'employer que la masse volumique à 20 °.

Par convention, la masse volumique et la densité doivent être corrigées de l'action de l'anhydride sulfureux et de l'antiseptique éventuellement ajouté au moment du prélèvement pour stabiliser le vin ou le moût prélevé.

1.2. PRINCIPE DES MÉTHODES

Méthode de référence: pycnométrie; résultats approchés à 0,0001 près.

Première méthode usuelle: aréométrie; résultats approchés à 0,0003 près.

Deuxième méthode usuelle: densimétrie par balance hydrostatique; résultats approchés à 0,0003 près.

Traitement préalable

Si le vin ou le moût contient des quantités notables de gaz carbonique, en chasser la plus grande quantité par agitation de 250 ml de vin dans un flacon de 1 000 ml ou par filtration sous pression réduite sur 2 g de coton hydrophile placé dans une allonge.

Si le vin ou le moût est trouble, filtrer 250 ml de vin ou de moût sur papier à filtration rapide, à plis, en entonnoir couvert, ou les centrifuger en tubes fermés; on recueillera le filtrat dans un flacon de 250 ml. Mention de cette opération sera portée sur le certificat d'analyse.

1.3. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE — PYCNOMÉTRIE — APPAREIL

On utilise un pycnomètre en pyrex de 100 ml de capacité environ avec un thermomètre mobile à rodage émeri, gradué par un dixième de degré, de 10 ° à 30 °C.

Ce pycnomètre comporte un tube latéral de 15 mm de longueur et de 1 mm (au plus) de diamètre intérieur, terminé par une partie conique rodée. Ce tube latéral peut être coiffé par un « bouchon récepteur » constitué par un tube cônique rodé, terminé par une partie effilée. Ce bouchon sert de chambre de dilatation. Le thermomètre doit être soigneusement contrôlé et les deux rodages de l'appareil doivent être faits avec un très grand soin. On peut les graisser légèrement par une trace de silicone.

Comme tare, on utilise un récipient de même volume extérieur que le pycnomètre. On le remplit presque complètement avec une solution d'un sel métallique tel que le chlorure de sodium, le chromate de potassium, etc., de densité telle que la masse de cette tare soit égale à la masse du pycnomètre plein d'un liquide de densité 1,01 (2). Ce récipient est scellé à la lampe. Sa capacité extérieure doit être égale à la capacité extérieure du pycnomètre plein, à moins de 1 ml près.

Tarage du pycnomètre

Le tarage du pycnomètre vide est effectué sur les plateaux d'une balance sensible au dixième de milligramme et dont la portée maximale est de 200 g au moins, avec des masses de précision.

(1) Ou grammes par millilitre, car 1 ml est maintenant identifié à 1 cm^3.

(2) Ainsi taré, le pycnomètre est prêt pour la mesure de densités inférieures ou à peine supérieures à celle de l'eau, telles que densités de distillats hydroalcooliques, de vins secs.
Pour les liquides de densité nettement supérieure à 1, tels que vins doux et moûts, on utilisera la même tare augmentée d'un poids de 20 g en laiton. Le volume de cette surcharge étant petit, les variations de la poussée de l'air sur elle sont négligeables. Dans le cas de ces liquides, la masse volumique n'a pas besoin d'être mesurée avec la haute précision nécessaire dans le cas des distillats hydroalcooliques (mesure du titre alcoométrique).

On ajoute aux masses marquées p placées à côté du pycnomètre vide et sec la masse de l'air qui s'y trouvait contenu (1). On obtient ainsi la tare corrigée du pycnomètre vide.

Pour le calcul de la masse de l'air m contenu dans le pycnomètre, on peut adopter 1,2 g/l comme masse volumique de l'air (2). La masse de l'air m contenue dans l'appareil est obtenue en multipliant le volume en millilitres du pycnomètre par 0,0012. Étant donné qu'il n'est pas nécessaire de connaître m à mieux que cinq dixièmes de milligramme près, ce volume est numériquement égal à p — p',p' étant la masse qu'il faut placer à côté du pycnomètre plein d'eau pour obtenir l'équilibre.

On tare ensuite le pycnomètre plein d'eau à t °C, température de l'eau lue à la loupe sur le thermomètre du pycnomètre (à 0,02 ° près), soit p' les masses marquées qui établissent cet équilibre.

On calcule le volume à 20 ° du pycnomètre (3) en multipliant la masse de l'eau à t ° contenue dans le pycnomètre à t °, par le facteur F donné par la table I. Cette table donne les inverses des masses volumiques de l'eau à t °, corrigées de la dilatation du pycnomètre en pyrex entre t ° et 20 °C.

La connaissance de ce volume est nécessaire pour la mesure des masses volumiques des liquides.

Lorsqu'on veut calculer la densité par rapport à l'eau à 20 °C, il faut connaître la masse de l'eau à 20 °C contenue dans le pycnomètre à 20 °C. On l'obtient en multipliant le volume à 20 °C par 0,998203, masse volumique de l'eau à 20 °C.

Il est bon de faire l'opération de tarage trois fois de suite pour bien vérifier qu'il n'y a pas d'erreur dans cette opération fondamentale (4).

La tare du pycnomètre vide, le volume à 20 °C (et accessoirement la masse de l'eau à 20 °C) sont les caractéristiques de l'appareil. Grâce à l'emploi d'une tare de même volume que le pycnomètre plein, il n'est plus nécessaire de les déterminer à chaque mesure. Il est toutefois bon de les vérifier périodiquement, par exemple une fois par an.

(1) La correction de la poussée de l'air est ainsi faite une fois pour toutes.

(2) En toute rigueur, il faudrait noter la température du pycnomètre et la pression atmosphérique et calculer la masse volumique de l'air dans ces conditions. Ce n'est pratiquement que lorsqu'on travaille en un lieu d'altitude supérieure à 1 400 m et à une température supérieure à 30 °C qu'il est nécessaire d'effectuer un tel calcul. En effet, une variation de 10 % sur la masse volumique de l'air se traduit ultérieurement sur la densité d'un distillat de vin par une erreur de $5 \cdot 10^{-6}$ et sur le degré alcoolique mesuré par une erreur de 0,005° au maximum, ce qui est négligeable.

(3) Le volume ainsi calculé n'est pas rigoureusement exact, car il n'a pas été tenu compte de la poussée de l'air sur les masses marquées, celles-ci n'étant généralement pas corrigées de cette poussée. Mais il est préférable de conserver cette valeur non corrigée, donc fictive, pour éviter d'avoir à introduire une correction de même nature, mais inverse sur les mesures proprement dites.
Le volume réel peut être calculé en multipliant le volume fictif par 0,999857.

(4) On peut éviter tout calcul en tarant le pycnomètre plein d'eau à 20 °C ou 15 °C, la lecture de la température étant faite à la loupe à 0,02 °C près et sans oublier l'éventuelle correction de l'échelle du thermomètre.

TABLE I

Table des facteurs F

par lesquels il faut multiplier la masse de l'eau contenue dans le pycnomètre en pyrex à t°, pour calculer le volume du pycnomètre à 20 °C.

t °C	F	t °C	F	t °C	F	t °C	F	t °C	F	t °C	F	t °C	F
10,0	1,000398	13,0	1,000691	16,0	1,001097	19,0	1,001608	22,0	1,002215	25,0	1,002916	28,0	1,003704
,1	1,000406	,1	1,000703	,1	1,001113	,1	1,001627	,1	1,002238	,1	1,002941	,1	1,003731
,2	1,000414	,2	1,000714	,2	1,001128	,2	1,001646	,2	1,002260	,2	1,002966	,2	1,003759
,3	1,000422	,3	1,000726	,3	1,001144	,3	1,001665	,3	1,002282	,3	1,002990	,3	1,003787
,4	1,000430	,4	1,000738	,4	1,001159	,4	1,001684	,4	1,002304	,4	1,003015	,4	1,003815
10,5	1,000439	13,5	1,000752	16,5	1,001175	19,5	1,001703	22,5	1,002326	25,5	1,003041	28,5	1,003843
,6	1,000447	,6	1,000764	,6	1,001191	,6	1,001722	,6	1,002349	,6	1,003066	,6	1,003871
,7	1,000456	,7	1,000777	,7	1,001207	,7	1,001741	,7	1,002372	,7	1,003092	,7	1,003899
,8	1,000465	,8	1,000789	,8	1,001223	,8	1,001761	,8	1,002394	,8	1,003117	,8	1,003928
,9	1,000474	,9	1,000803	,9	1,001239	,9	1,001780	,9	1,002417	,9	1,003143	,9	1,003956
11,0	1,000483	14,0	1,000816	17,0	1,001257	20,0	1,001800	23,0	1,002439	26,0	1,003168	29,0	1,003984
,1	1,000492	,1	1,000829	,1	1,001273	,1	1,001819	,1	1,002462	,1	1,003194	,1	1,004013
,2	1,000501	,2	1,000842	,2	1,001290	,2	1,001839	,2	1,002485	,2	1,003222	,2	1,004042
,3	1,000511	,3	1,000855	,3	1,001306	,3	1,001859	,3	1,002508	,3	1,003247	,3	1,004071
,4	1,000520	,4	1,000868	,4	1,001323	,4	1,001880	,4	1,002531	,4	1,003273	,4	1,004099
11,5	1,000530	14,5	1,000882	17,5	1,001340	20,5	1,001900	23,5	1,002555	26,5	1,003299	29,5	1,004128
,6	1,000540	,6	1,000895	,6	1,001357	,6	1,001920	,6	1,002578	,6	1,003326	,6	1,004158
,7	1,000550	,7	1,000909	,7	1,001374	,7	1,001941	,7	1,002602	,7	1,003352	,7	1,004187
,8	1,000560	,8	1,000923	,8	1,001391	,8	1,001961	,8	1,002625	,8	1,003379	,8	1,004216
,9	1,000570	,9	1,000937	,9	1,001409	,9	1,001982	,9	1,002649	,9	1,003405	,9	1,004245
12,0	1,000580	15,0	1,000951	18,0	1,001427	21,0	1,002002	24,0	1,002672	27,0	1,003432	30,0	1,004275
,1	1,000591	,1	1,000965	,1	1,001445	,1	1,002023	,1	1,002696	,1	1,003458		
,2	1,000601	,2	1,000979	,2	1,001462	,2	1,002044	,2	1,002720	,2	1,003485		
,3	1,000612	,3	1,000993	,3	1,001480	,3	1,002065	,3	1,002745	,3	1,003513		
,4	1,000623	,4	1,001008	,4	1,001498	,4	1,002086	,4	1,002769	,4	1,003540		
12,5	1,000634	15,5	1,001022	18,5	1,001516	21,5	1,002107	24,5	1,002793	27,5	1,003567		
,6	1,000645	,6	1,001037	,6	1,001534	,6	1,002129	,6	1,002817	,6	1,003594		
,7	1,000656	,7	1,001052	,7	1,001552	,7	1,002151	,7	1,002842	,7	1,003621		
,8	1,000668	,8	1,001067	,8	1,001570	,8	1,002172	,8	1,002866	,8	1,002649		
,9	1,000679	,9	1,001082	,9	1,001589	,9	1,002194	,9	1,002891	,9	1,003676		

Mode opératoire

On remplit avec soin le pycnomètre avec le liquide à la température ambiante; on place le pycnomètre dans l'enceinte calorifugée; on agite le liquide par retournement à deux ou trois reprises jusqu'à ce que la température lue sur le thermomètre soit constante. On affleure exactement au bord supérieur du tube latéral. On essuie ce tube latéral; on place le bouchon récepteur et on mesure la température t ° avec le même soin que précédemment et on essuie soigneusement le pycnomètre. On le pèse, soit p'' le poids qui réalise l'équilibre.

La différence entre la tare corrigée et les masses marquées donne la masse du liquide contenu dans l'appareil (correction faite de la poussée de l'air).

On calcule alors la masse volumique apparente à t ° en divisant cette masse par le volume à 20 °C et la densité apparente d^t_{20}, en divisant cette même masse par la masse de l'eau contenue à 20 °C dans le pycnomètre.

1. *Correction de la température*

On corrige ϱ_t et d^t_{20} à l'aide d'une des tables de correction ci-après, suivant la nature du liquide étudié: vin sec (table II), moût naturel ou concentré (table III), vin doux (table IV), résidu sans alcool (vin débarrassé d'alcool par distillation et dont le résidu de distillation est ramené au volume initial (table II). Pour l'établissement de ces tables, il a été tenu compte de la dilatation des liquides et du contenant entre t ° et 20 °C.

2. *Corrections nécessitées par la présence d'antiseptiques*

La masse volumique doit ensuite être corrigée de l'action de l'anhydride sulfureux en utilisant la formule:

$$\varrho_{20} = \varrho'_{20} - 0{,}0006\ S$$

ϱ'_{20} étant la masse volumique observée,

ϱ_{20} étant la masse volumique corrigée,

S étant la quantité d'anhydride sulfureux total en milligrammes par litre.

Si l'antiseptique ajouté au moment du prélèvement de l'échantillon est le salicylate de sodium à la dose de ss grammes par litre, la correction soustractive supplémentaire à effectuer sur ϱ'_{20} est 0,00043 ss.

Si cet antiseptique est l'acide salicylique à la dose de as grammes par litre, la correction soustractive supplémentaire à effectuer sur ϱ'_{20} est 0,00031 as.

La densité d^{20}_{20} doit subir des corrections identiques.

TABLE II

Table des corrections C de température sur la masse volumique des vins secs et des vins secs débarrassés d'alcool mesurée dans un pycnomètre en verre pyrex à t°, pour la ramener à 20 °C

$$\varrho_{20} = \varrho_t \pm \frac{c}{1\,000} \begin{cases} - \text{ si t ° est inférieure à 20 ° C} \\ + \text{ si t ° est supérieure à 20 °C} \end{cases}$$

Températures	Titre alcoométrique																							
	0	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27
10°	1,59	1,64	1,67	1,71	1,77	1,84	1,91	2,01	2,11	2,22	2,34	2,46	2,60	2,73	2,88	3,03	3,19	3,35	3,52	3,70	3,87	4,06	4,25	4,44
11°	1,48	1,53	1,56	1,60	1,64	1,70	1,77	1,86	1,95	2,05	2,16	2,27	2,38	2,51	2,63	2,77	2,91	3,06	3,21	3,36	3,53	3,69	3,86	4,03
12°	1,36	1,40	1,43	1,46	1,50	1,56	1,62	1,69	1,78	1,86	1,96	2,05	2,16	2,27	2,38	2,50	2,62	2,75	2,88	3,02	3,16	3,31	3,46	3,61
13°	1,22	1,26	1,28	1,32	1,35	1,40	1,45	1,52	1,59	1,67	1,75	1,83	1,92	2,01	2,11	2,22	2,32	2,44	2,55	2,67	2,79	2,92	3,05	3,18
14°	1,08	1,11	1,13	1,16	1,19	1,23	1,27	1,33	1,39	1,46	1,52	1,60	1,67	1,75	1,84	1,93	2,03	2,11	2,21	2,31	2,42	2,52	2,63	2,74
15°	0,92	0,96	0,97	0,99	1,02	1,05	1,09	1,13	1,19	1,24	1,30	1,36	1,42	1,48	1,55	1,63	1,70	1,78	1,86	1,95	2,03	2,12	2,21	2,30
16°	0,76	0,79	0,80	0,81	0,84	0,86	0,89	0,93	0,97	1,01	1,06	1,10	1,16	1,21	1,26	1,32	1,38	1,44	1,51	1,57	1,64	1,71	1,78	1,85
17°	0,59	0,61	0,62	0,63	0,65	0,67	0,69	0,72	0,75	0,78	0,81	0,85	0,88	0,95	0,96	1,01	1,05	1,11	1,15	1,20	1,25	1,30	1,35	1,40
18°	0,40	0,42	0,42	0,43	0,44	0,46	0,47	0,49	0,51	0,53	0,55	0,57	0,60	0,63	0,65	0,68	0,71	0,74	0,77	0,81	0,84	0,87	0,91	0,94
19°	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,33	0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,42	0,44	0,46	0,47
20°																								
21°	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,31	0,32	0,34	0,36	0,37	0,38	0,40	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48
22°	0,44	0,45	0,46	0,47	0,48	0,49	0,51	0,52	0,54	0,56	0,59	0,61	0,63	0,66	0,69	0,71	0,74	0,77	0,80	0,83	0,87	0,90	0,93	0,97
23°	0,68	0,70	0,71	0,72	0,74	0,76	0,78	0,80	0,83	0,86	0,90	0,93	0,96	1,00	1,03	1,08	1,13	1,17	1,22	1,26	1,31	1,37	1,41	1,46
24°	0,93	0,96	0,97	0,99	1,01	1,03	1,06	1,10	1,13	1,18	1,22	1,26	1,31	1,36	1,41	1,47	1,52	1,58	1,64	1,71	1,77	1,84	1,90	1,97
25°	1,19	1,23	1,25	1,27	1,29	1,32	1,36	1,40	1,45	1,50	1,55	1,61	1,67	1,73	1,80	1,86	1,93	2,00	2,08	2,16	2,24	2,32	2,40	2,48
26°	1,47	1,51	1,53	1,56	1,59	1,62	1,67	1,72	1,77	1,83	1,90	1,96	2,03	2,11	2,19	2,27	2,35	2,44	2,53	2,62	2,72	2,81	2,91	3,01
27°	1,75	1,80	1,82	1,85	1,89	1,93	1,98	2,04	2,11	2,18	2,25	2,33	2,41	2,50	2,59	2,68	2,78	2,88	2,98	3,09	3,20	3,31	3,42	3,53
28°	2,04	2,10	2,13	2,16	2,20	2,25	2,31	2,38	2,45	2,53	2,62	2,70	2,80	2,89	3,00	3,10	3,21	3,32	3,45	3,57	3,69	3,82	3,94	4,07
29°	2,34	2,41	2,44	2,48	2,53	2,58	2,65	2,72	2,81	2,89	2,99	3,09	3,19	3,30	3,42	3,53	3,65	3,78	3,92	4,05	4,19	4,33	4,47	4,61
30°	2,66	2,73	2,77	2,81	2,86	2,92	3,00	3,08	3,17	3,27	3,37	3,48	3,59	3,72	3,84	3,97	4,11	4,25	4,40	4,55	4,70	4,85	4,92	5,17

Note: On peut utiliser cette table pour transformer la densité d^t_{20} en densité d^{20}_{20}.

TABLE III

Table des corrections C de température sur la masse volumique des moûts naturels et des moûts concentrés mesurée à t° à l'aide d'un pycnomètre ou d'un aréomètre en verre pyrex pour ramener le résultat à 20 °C

$$\varrho_{20} = \varrho_t \pm \frac{c}{1\,000} \begin{cases} - \text{ si t ° est inférieure à 20 °C} \\ + \text{ si t ° est supérieure à 20 °C} \end{cases}$$

Températures	Masses volumiques																							
	1,05	1,06	1,07	1,08	1,09	1,10	1,11	1,12	1,13	1,14	1,15	1,16	1,18	1,20	1,22	1,24	1,26	1,28	1,30	1,32	1,34	1,36
10°	2,31	2,48	2,66	2,82	2,99	3,13	3,30	3,44	3,59	3,73	3,88	4,01	4,28	4,52	4,76	4,98	5,18	5,42	5,56	5,73	5,90	6,05
11°	2,12	2,28	2,42	2,57	2,72	2,86	2,99	3,12	3,25	3,37	3,50	3,62	3,85	4,08	4,29	4,48	4,67	4,84	5,00	5,16	5,31	5,45
12°	1,92	2,06	2,19	2,32	2,45	2,58	2,70	2,82	2,94	3,04	3,15	3,26	3,47	3,67	3,85	4,03	4,20	4,36	4,51	4,65	4,78	4,91
13°	1,72	1,84	1,95	2,06	2,17	2,27	2,38	2,48	2,58	2,69	2,78	2,88	3,05	3,22	3,39	3,55	3,65	3,84	3,98	4,11	4,24	4,36
14°	1,52	1,62	1,72	1,81	1,90	2,00	2,09	2,17	2,26	2,34	2,43	2,51	2,66	2,82	2,96	3,09	3,22	3,34	3,45	3,56	3,67	3,76
15°	1,28	1,36	1,44	1,52	1,60	1,67	1,75	1,82	1,89	1,96	2,04	2,11	2,24	2,36	2,48	2,59	2,69	2,79	2,88	2,97	3,03	3,10
16°	1,05	1,12	1,18	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,55	1,60	1,66	1,71	1,81	1,90	2,00	2,08	2,16	2,24	2,30	2,37	2,43	2,49
17°	0,80	0,86	0,90	0,95	1,00	1,04	1,09	1,13	1,18	1,22	1,26	1,30	1,37	1,44	1,51	1,57	1,62	1,68	1,72	1,76	1,80	1,84
18°	0,56	0,59	0,62	0,66	0,68	0,72	0,75	0,77	0,80	0,83	0,85	0,88	0,93	0,98	1,02	1,05	1,09	1,12	1,16	1,19	1,21	1,24
19°	0,29	0,31	0,32	0,34	0,36	0,37	0,39	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,57	0,59	0,60	0,61	0,62
20°																						
21°	0,29	0,30	0,32	0,34	0,35	0,37	0,38	0,40	0,41	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,53	0,56	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,62
22°	0,58	0,61	0,64	0,67	0,70	0,73	0,76	0,79	0,81	0,84	0,87	0,90	0,96	1,00	1,05	1,09	1,12	1,15	1,18	1,20	1,22	1,23
23°	0,89	0,94	0,99	1,03	1,08	1,12	1,16	1,20	1,25	1,29	1,33	1,37	1,44	1,51	1,57	1,63	1,67	1,73	1,77	1,80	1,82	1,84
24°	1,20	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,54	1,60	1,66	1,71	1,77	1,82	1,92	2,01	2,10	2,17	2,24	2,30	2,36	2,40	2,42	2,44
25°	1,51	1,59	1,66	1,74	1,81	1,88	1,95	2,02	2,09	2,16	2,23	2,30	2,42	2,53	2,63	2,72	2,82	2,89	2,95	2,99	3,01	3,05
26°	1,84	1,92	2,01	2,10	2,18	2,26	2,34	2,42	2,50	2,58	2,65	2,73	2,87	3,00	3,13	3,25	3,36	3,47	3,57	3,65	3,72	3,79
27°	2,17	2,26	2,36	2,46	2,56	2,66	2,75	2,84	2,93	3,01	3,10	3,18	3,35	3,50	3,66	3,80	3,93	4,06	4,16	4,26	4,35	4,42
28°	2,50	2,62	2,74	2,85	2,96	3,07	3,18	3,28	3,40	3,50	3,60	3,69	3,87	4,04	4,21	4,36	4,50	4,64	4,75	4,86	4,94	5,00
29°	2,86	2,98	3,10	3,22	3,35	3,47	3,59	3,70	3,82	3,93	4,03	4,14	4,34	4,53	4,72	4,89	5,05	5,20	5,34	5,46	5,56	5,64
30°	3,20	3,35	3,49	3,64	3,77	3,91	4,05	4,17	4,30	4,43	4,55	4,67	4,90	5,12	5,39	5,51	5,68	5,84	5,96	6,08	6,16	6,22

Note: On peut utiliser cette table pour transformer la densité d^t_{20} en densité d^{20}_{20}.

TABLE IV

Table des corrections C de température sur la masse volumique des vins de 13 % vol ou plus mesurée à l'aide d'un pycnomètre en pyrex à t° pour la ramener à 20 °C

$$\varrho_{20} = \varrho_t \pm \frac{c}{1\,000} \begin{cases} - \text{ si t° est inférieure à 20 °C} \\ + \text{ si t° est supérieure à 20 °C} \end{cases}$$

Températures	Vins de 13 % vol — Masses volumiques							Vins de 15 % vol — Masses volumiques							Vins de 17 % vol — Masses volumiques						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	2,36	2,71	3,06	3,42	3,72	3,96	4,32	2,64	2,99	3,36	3,68	3,99	4,30	4,59	2,94	3,29	3,64	3,98	4,29	4,60	4,89
11°	2,17	2,49	2,80	2,99	3,39	3,65	3,90	2,42	2,73	3,05	3,34	3,63	3,89	4,15	2,69	3,00	3,32	3,61	3,90	4,16	4,41
12°	1,97	2,25	2,53	2,79	3,05	3,29	3,52	2,19	2,47	2,75	3,01	3,27	3,51	3,73	2,42	2,70	2,98	3,24	3,50	3,74	3,96
13°	1,78	2,02	2,25	2,47	2,69	2,89	3,09	1,97	2,21	2,44	2,66	2,87	3,08	3,29	2,18	2,42	2,64	2,87	3,08	3,29	3,49
14°	1,57	1,78	1,98	2,16	2,35	2,53	2,70	1,74	1,94	2,14	2,32	2,52	2,69	2,86	1,91	2,11	2,31	2,50	2,69	2,86	3,03
15°	1,32	1,49	1,66	1,82	1,97	2,12	2,26	1,46	1,63	1,79	1,95	2,10	2,25	2,39	1,60	1,77	1,93	2,09	2,24	2,39	2,53
16°	1,08	1,22	1,36	1,48	1,61	1,73	1,84	1,18	1,32	1,46	1,59	1,71	1,83	1,94	1,30	1,44	1,58	1,71	1,83	1,95	2,06
17°	0,83	0,94	1,04	1,13	1,22	1,31	1,40	0,91	1,02	1,12	1,21	1,30	1,39	1,48	1,00	1,10	1,20	1,30	1,39	1,48	1,56
18°	0,58	0,64	0,71	0,78	0,84	0,89	0,95	0,63	0,69	0,76	0,83	0,89	0,94	1,00	0,69	0,75	0,82	0,89	0,95	1,00	1,06
19°	0,30	0,34	0,37	0,40	0,43	0,46	0,49	0,33	0,37	0,40	0,43	0,46	0,49	0,52	0,36	0,39	0,42	0,46	0,49	0,52	0,54
20°																					
21°	0,30	0,33	0,36	0,40	0,43	0,46	0,49	0,33	0,36	0,39	0,43	0,46	0,49	0,51	0,35	0,39	0,42	0,45	0,48	0,51	0,54
22°	0,60	0,67	0,73	0,80	0,85	0,91	0,98	0,65	0,72	0,78	0,84	0,90	0,96	1,01	0,71	0,78	0,84	0,90	0,96	1,01	1,07
23°	0,93	1,02	1,12	1,22	1,30	1,39	1,49	1,01	1,10	1,20	1,29	1,38	1,46	1,55	1,10	1,19	1,29	1,38	1,46	1,55	1,63
24°	1,27	1,39	1,50	1,61	1,74	1,84	1,95	1,37	1,49	1,59	1,72	1,84	1,95	2,06	1,48	1,60	1,71	1,83	1,95	2,06	2,17
25°	1,61	1,75	1,90	2,05	2,19	2,33	2,47	1,73	1,87	2,02	2,17	2,31	2,45	2,59	1,87	2,01	2,16	2,31	2,45	2,59	2,73
26°	1,94	2,12	2,29	2,47	2,63	2,79	2,95	2,09	2,27	2,44	2,62	2,78	2,94	3,10	2,26	2,44	2,61	2,79	2,95	3,11	3,26
27°	2,30	2,51	2,70	2,90	3,09	3,27	3,44	2,48	2,68	2,87	3,07	3,27	3,45	3,62	2,67	2,88	3,07	3,27	3,46	3,64	3,81
28°	2,66	2,90	3,13	3,35	3,57	3,86	4,00	2,86	3,10	3,23	3,55	3,77	3,99	4,20	3,08	3,31	3,55	3,76	3,99	4,21	4,41
29°	3,05	3,31	3,56	3,79	4,04	4,27	4,49	3,28	3,53	3,77	4,02	4,26	4,49	4,71	3,52	3,77	4,01	4,26	4,50	4,73	4,95
30°	3,44	3,70	3,99	4,28	4,54	4,80	5,06	3,68	3,94	4,23	4,52	4,79	5,05	5,30	3,95	4,22	4,51	4,79	5,07	5,32	5,57

Températures	Vins de 19 % vol — Masses volumiques							Vins de 21 % vol — Masses volumiques						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	3,27	3,62	3,97	4,30	4,62	4,92	5,21	3,62	3,97	4,32	4,66	4,97	5,27	5,56
11°	2,99	3,30	3,61	3,90	4,19	4,45	4,70	3,28	3,61	3,92	4,22	4,50	4,76	5,01
12°	2,68	2,96	3,24	3,50	3,76	4,00	4,21	2,96	3,24	3,52	3,78	4,03	4,27	4,49
13°	2,40	2,64	2,87	3,09	3,30	3,51	3,71	2,64	2,88	3,11	3,33	3,54	3,74	3,95
14°	2,11	2,31	2,51	2,69	2,88	3,05	3,22	2,31	2,51	2,71	2,89	3,08	3,25	3,43
15°	1,76	1,93	2,09	2,25	2,40	2,55	2,69	1,93	2,10	2,26	2,42	2,57	2,72	2,86
16°	1,43	1,57	1,70	1,83	1,95	2,08	2,18	1,56	1,70	1,84	1,97	2,09	2,21	2,32
17°	1,09	1,20	1,30	1,39	1,48	1,57	1,65	1,20	1,31	1,41	1,50	1,59	1,68	1,77
18°	0,76	0,82	0,88	0,95	1,01	1,06	1,12	0,82	0,88	0,95	1,01	1,08	1,13	1,18
19°	0,39	0,42	0,45	0,49	0,52	0,55	0,57	0,42	0,46	0,49	0,52	0,55	0,58	0,61
20°														
21°	0,38	0,42	0,45	0,48	0,51	0,54	0,57	0,41	0,45	0,48	0,51	0,54	0,57	0,60
22°	0,78	0,84	0,90	0,96	1,02	1,07	1,13	0,84	0,90	0,96	1,02	1,08	1,14	1,19
23°	1,19	1,28	1,38	1,47	1,55	1,64	1,72	1,29	1,21	1,48	1,57	1,65	1,74	1,82
24°	1,60	1,72	1,83	1,95	2,06	2,18	2,29	1,73	1,85	1,96	2,08	2,19	2,31	2,42
25°	2,02	2,16	2,31	2,46	2,60	2,74	2,88	2,18	2,32	2,47	2,62	2,76	2,90	3,04
26°	2,44	2,62	2,79	2,96	3,12	3,28	3,43	2,53	2,81	2,97	3,15	3,31	3,47	3,62
27°	2,88	3,08	3,27	3,42	3,66	3,84	4,01	3,10	3,30	3,47	3,69	3,88	4,06	4,23
28°	3,31	3,54	3,78	4,00	4,22	4,44	4,64	3,56	3,79	4,03	4,25	4,47	4,69	4,89
29°	3,78	4,03	4,27	4,52	4,76	4,99	5,21	4,06	4,31	4,55	4,80	5,04	5,27	5,48
30°	4,24	4,51	4,80	5,08	5,36	5,61	5,86	4,54	4,82	5,11	5,39	5,66	5,91	6,16

Exemples numériques

Établissement des constantes du pycnomètre

Calculs	*Exemples numériques*
1. Pesée du pycnomètre plein d'air:	
Tare = pycnomètre plein d'air + p	p = 104,9454 g
2. Pesée du pycnomètre plein d'eau pure à la température ambiante t °C:	
Tare = pycnomètre + eau à t° + p′	t° = 16,20 °C p′ = 1,1616 g t° = 20,50 °C p′ = 1,2396 g t° = 22,30 °C p′ = 1,2777 g
3. Calcul de la masse m d'air contenue dans le pycnomètre plein d'air:	
pratiquement, le volume du pycnomètre est égal à p — p′ à 5‰ près Donc: m = 0,0012 (p — p′)	m = 0,1244 g Les deux autres mesures donnent le même chiffre à 0,0001 près
4. Caractéristiques à retenir:	
p + m = tare du pycnomètre vide	p + m = 104,9454 + 0,1244 **tare du pycnomètre vide = 105,0698 g**
p + m — p′ = masse de l'eau pure contenue à t °C dans le pycnomètre (colonne 3)	t °C lu — 16,20 20,50 22,30 t °C corrigé (1) — 16,07 20,27 22,04 3 — 103,9082 103,8302 103,7921 4 — 104,0233 104,0226 104,0229
(p + m — p′) × F = volume du pycnomètre à 20 °C (colonne 4)	**volume à 20 °C du pycnomètre = 104,0229 ml**
(p + m — p′) × F × 0,998 203 = masse de l'eau pure contenue à 20 °C dans le pycnomètre	**Masse de l'eau pure à 20 °C = 103,8360 g**

Détermination de la masse volumique d'un vin sec

Calcul	*Exemple numérique*
Tare = pycnomètre + vin à t °C + p″	t °C = 18,00° t °C corrigé = 17,80° p″ = 1,2622 g
$\varrho t° = \frac{p + m - p''}{\text{volume à } 20\,°C}$	$\varrho\ 17{,}80\,°C = \frac{105{,}0698 - 1{,}2622}{104{,}0229}$ $\varrho\ 17{,}80\,°C = 0{,}99793$
Pour calculer ϱ_{20} on se reporte à la table II des corrections de la température pour les vins secs	$\varrho_{20} = 0{,}99793 - \frac{0{,}54}{1\,000} = 0{,}99739$

(1) Correction du thermomètre.

1.4. PREMIÈRE MÉTHODE USUELLE

Aréométrie — Appareils

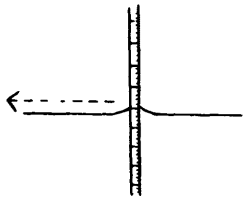
Les appareils doivent répondre aux caractéristiques suivantes: ils doivent avoir une carène cylindrique, une tige de section circulaire de 3 mm de diamètre au moins. Pour les vins secs, ils doivent être gradués de 0,9830 à 1,0030 par millièmes et cinquièmes de millième. Chaque millième doit être séparé par 5 mm au moins du millième suivant. Pour la mesure de la densité des vins désalcoolisés, des vins doux et des moûts, il sera fait usage d'un jeu de 5 aréomètres gradués de 1,0000—1,0300; 1,0300—1,0600; 1,0600—1,0900; 1,0900—1,1200; 1,1200—1,1500. Ces appareils seront gradués en masses volumiques à 20 % vol par millièmes et demi-millièmes au moins, chaque millième étant séparé par 3 mm au moins du millième suivant.

Ces aréomètres doivent être gradués de manière à être lus au « sommet du ménisque ». Pour éviter toute confusion avec les aréomètres gradués à 15 °C et devant être lus au niveau de la surface liquide plane, l'indication de la graduation en masse volumique à 20 °C et de la lecture au « sommet du ménisque » sera portée soit sur l'échelle graduée, soit sur une bande de papier incluse dans la carène.

Ces appareils doivent être contrôlés par un service d'État.

Le résultat sera exprimé avec 4 décimales à ± 3 unités près du quatrième ordre décimal (± 0,0003).

Thermomètre. — On doit utiliser un thermomètre contrôlé gradué par 0,5 °C au moins.



Mode opératoire

Dans une éprouvette cylindrique de 36 mm de diamètre intérieur et de 320 mm de hauteur, tenue verticalement grâce à un support à vis calantes, on place 250 ml de vin, dans lequel on introduit un aéromètre à poids constant et un thermomètre.

La lecture du thermomètre est faite une minute après avoir agité, pour réaliser l'égalité de température de l'éprouvette, du vin, de l'aréomètre et du thermomètre. Le thermomètre est retiré, et on lit la masse volumique apparente à t ° sur la tige de l'aréomètre, après une minute de repos.

La masse volumique à 20 ° est ensuite corrigée de l'action de la température à l'aide des tables qui s'appliquent aux cas des vins secs (table V), des moûts (table VI) et des vins contenant du sucre (table VII) [1].

La masse volumique est enfin corrigée de l'action de l'anhydride sulfureux et de l'antiseptique éventuellement ajouté pour stabiliser l'échantillon au moment de son prélèvement, comme dans le cas de la méthode de référence.

[1] Dans ces tables, la correction C est donnée avec 2 décimales pour pouvoir être utilisable si on mesurait la masse volumique avec un pycnomètre en verre ordinaire. En aréométrie, exprimer la correction C avec une seule décimale.

TABLE V

Table des corrections C de température sur la masse volumique des vins secs et des vins secs débarrassés d'alcool mesurée à l'aide d'un aréomètre ou d'un pycnomètre en verre ordinaire à t° pour la ramener à 20 °C

$$\varrho_{20} = \varrho_t \pm \frac{c}{1\,000} \begin{cases} - \text{ si t° est inférieure à 20 °C} \\ + \text{ si t° est supérieure à 20 °C} \end{cases}$$

Températures	Titre alcoométrique																							
	0	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27
10°	1,45	1,51	1,55	1,58	1,64	1,70	1,78	1,88	1,98	2,09	2,21	2,34	2,47	2,60	2,75	2,90	3,06	3,22	3,39	3,57	3,75	3,93	4,12	4,31
11°	1,35	1,40	1,43	1,47	1,52	1,58	1,65	1,73	1,83	1,93	2,03	2,15	2,26	2,38	2,51	2,65	2,78	2,93	3,08	3,24	3,40	3,57	3,73	3,90
12°	1,24	1,28	1,31	1,34	1,39	1,44	1,50	1,58	1,66	1,75	1,84	1,94	2,04	2,15	2,26	2,38	2,51	2,63	2,77	2,91	3,05	3,19	3,34	3,49
13°	1,12	1,16	1,18	1,21	1,25	1,30	1,35	1,42	1,49	1,56	1,64	1,73	1,82	1,91	2,01	2,11	2,22	2,33	2,45	2,57	2,69	2,81	2,95	3,07
14°	0,99	1,03	1,05	1,07	1,11	1,14	1,19	1,24	1,31	1,37	1,44	1,52	1,59	1,67	1,75	1,84	1,93	2,03	2,13	2,23	2,33	2,44	2,55	2,66
15°	0,86	0,89	0,90	0,92	0,95	0,98	1,02	1,07	1,12	1,17	1,23	1,29	1,35	1,42	1,49	1,56	1,63	1,71	1,80	1,88	1,96	2,05	2,14	2,23
16°	0,71	0,73	0,74	0,76	0,78	0,81	0,84	0,87	0,91	0,96	0,99	1,05	1,10	1,15	1,21	1,27	1,33	1,39	1,45	1,52	1,59	1,66	1,73	1,80
17°	0,55	0,57	0,57	0,59	0,60	0,62	0,65	0,67	0,70	0,74	0,77	0,81	0,84	0,88	0,92	0,96	1,01	1,05	1,11	1,15	1,20	1,26	1,31	1,36
18°	0,38	0,39	0,39	0,40	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48	0,50	0,52	0,55	0,57	0,60	0,62	0,65	0,68	0,71	0,74	0,78	0,81	0,85	0,88	0,91
19°	0,19	0,20	0,20	0,21	0,21	0,22	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,33	0,35	0,36	0,38	0,39	0,41	0,43	0,44	0,46
20°																								
21°	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,25	0,25	0,26	0,27	0,29	0,29	0,31	0,32	0,34	0,35	0,36	0,38	0,39	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48
22°	0,43	0,45	0,45	0,46	0,47	0,49	0,50	0,52	0,54	0,56	0,58	0,60	0,63	0,65	0,68	0,71	0,73	0,77	0,80	0,83	0,86	0,89	0,93	0,96
23°	0,67	0,69	0,70	0,71	0,72	0,74	0,77	0,79	0,82	0,85	0,88	0,91	0,95	0,99	1,03	1,07	1,12	1,16	1,21	1,25	1,30	1,35	1,40	1,45
24°	0,91	0,93	0,95	0,97	0,99	1,01	1,04	1,07	1,11	1,15	1,20	1,24	1,29	1,34	1,39	1,45	1,50	1,56	1,62	1,69	1,76	1,82	1,88	1,95
25°	1,16	1,19	1,21	1,23	1,26	1,29	1,33	1,37	1,42	1,47	1,52	1,57	1,63	1,70	1,76	1,83	1,90	1,97	2,05	2,13	2,21	2,29	2,37	2,45
26°	1,42	1,46	1,49	1,51	1,54	1,58	1,62	1,67	1,73	1,79	1,85	1,92	1,99	2,07	2,14	2,22	2,31	2,40	2,49	2,58	2,67	2,77	2,86	2,96
27°	1,69	1,74	1,77	1,80	1,83	1,88	1,93	1,98	2,05	2,12	2,20	2,27	2,35	2,44	2,53	2,63	2,72	2,82	2,93	3,04	3,14	3,25	3,37	3,48
28°	1,97	2,03	2,06	2,09	2,14	2,19	2,24	2,31	2,38	2,46	2,55	2,63	2,73	2,83	2,93	3,03	3,14	3,26	3,38	3,50	3,62	3,75	3,85	4,00
29°	2,26	2,33	2,37	2,40	2,45	2,50	2,57	2,64	2,73	2,82	2,91	2,99	3,11	3,22	3,34	3,45	3,58	3,70	3,84	3,97	4,11	4,25	4,39	4,54
30°	2,56	2,64	2,67	2,72	2,77	2,83	2,90	2,98	3,08	3,18	3,28	3,38	3,50	3,62	3,75	3,88	4,02	4,16	4,30	4,46	4,61	4,76	4,92	5,07

Note: On peut utiliser cette table pour transformer la densité d^t_{20} en densité d^{20}_{20}.

TABLE VI

Table des corrections C de température sur la masse volumique des moûts naturels et des moûts concentrés mesurée à t° à l'aide d'un pycnomètre ou d'un aréomètre en verre ordinaire pour ramener le résultat à 20 °C

$$\varrho_{20} = \varrho_t \pm \frac{c}{1\,000} \begin{cases} - \text{ si t° est inférieure à 20 ° C} \\ + \text{ si t° est supérieure à 20 °C} \end{cases}$$

Températures	Masses volumiques																						
	1,05	1,06	1,07	1,08	1,09	1,10	1,11	1,12	1,13	1,14	1,15	1,16	1,18	1,20	1,22	1,24	1,26	1,28	1,30	1,32	1,34	1,36
10°	2,17	2,34	2,52	2,68	2,85	2,99	3,16	3,29	3,44	3,58	3,73	3,86	4,13	4,36	4,60	4,82	5,02	5,25	5,39	5,56	5,73	5,87
11°	2,00	2,16	2,29	2,44	2,59	2,73	2,86	2,99	3,12	3,24	3,37	3,48	3,71	3,94	4,15	4,33	4,52	4,69	4,85	5,01	5,15	5,29
12°	1,81	1,95	2,08	2,21	2,34	2,47	2,58	2,70	2,82	2,92	3,03	3,14	3,35	3,55	3,72	3,90	4,07	4,23	4,37	4,52	4,64	4,77
13°	1,62	1,74	1,85	1,96	2,07	2,17	2,28	2,38	2,48	2,59	2,68	2,77	2,94	3,11	3,28	3,44	3,54	3,72	3,86	3,99	4,12	4,24
14°	1,44	1,54	1,64	1,73	1,82	1,92	2,00	2,08	2,17	2,25	2,34	2,42	2,57	2,73	2,86	2,99	3,12	3,24	3,35	3,46	3,57	3,65
15°	1,21	1,29	1,37	1,45	1,53	1,60	1,68	1,75	1,82	1,89	1,97	2,03	2,16	2,28	2,40	2,51	2,61	2,71	2,80	2,89	2,94	3,01
16°	1,00	1,06	1,12	1,19	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,54	1,60	1,65	1,75	1,84	1,94	2,02	2,09	2,17	2,23	2,30	2,36	2,42
17°	0,76	0,82	0,86	0,91	0,96	1,00	1,05	1,09	1,14	1,18	1,22	1,25	1,32	1,39	1,46	1,52	1,57	1,63	1,67	1,71	1,75	1,79
18°	0,53	0,56	0,59	0,63	0,65	0,69	0,72	0,74	0,77	0,80	0,82	0,85	0,90	0,95	0,99	1,02	1,06	1,09	1,13	1,16	1,18	1,20
19°	0,28	0,30	0,31	0,33	0,35	0,36	0,38	0,39	0,41	0,42	0,43	0,43	0,46	0,48	0,50	0,52	0,54	0,55	0,57	0,58	0,59	0,60
20°																						
21°	0,28	0,29	0,31	0,33	0,34	0,36	0,37	0,39	0,40	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48	0,51	0,54	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,60
22°	0,55	0,58	0,61	0,64	0,67	0,70	0,73	0,76	0,78	0,81	0,84	0,87	0,93	0,97	1,02	1,06	1,09	1,12	1,15	1,17	1,19	1,19
23°	0,85	0,90	0,95	0,99	1,04	1,08	1,12	1,16	1,21	1,25	1,29	1,32	1,39	1,46	1,52	1,58	1,62	1,68	1,72	1,75	1,77	1,79
24°	1,15	1,19	1,25	1,31	1,37	1,43	1,48	1,54	1,60	1,65	1,71	1,76	1,86	1,95	2,04	2,11	2,17	2,23	2,29	2,33	2,35	2,37
25°	1,44	1,52	1,59	1,67	1,74	1,81	1,88	1,95	2,02	2,09	2,16	2,22	2,34	2,45	2,55	2,64	2,74	2,81	2,87	2,90	2,92	2,96
26°	1,76	1,84	1,93	2,02	2,10	2,18	2,25	2,33	2,41	2,49	2,56	2,64	2,78	2,91	3,03	3,15	3,26	3,37	3,47	3,55	3,62	3,68
27°	2,07	2,16	2,26	2,36	2,46	2,56	2,65	2,74	2,83	2,91	3,00	3,07	3,24	3,39	3,55	3,69	3,82	3,94	4,04	4,14	4,23	4,30
28°	2,39	2,51	2,63	2,74	2,85	2,96	3,06	3,16	3,28	3,38	3,48	3,57	3,75	3,92	4,08	4,23	4,37	4,51	4,62	4,73	4,80	4,86
29°	2,74	2,86	2,97	3,09	3,22	3,34	3,46	3,57	3,69	3,80	3,90	4,00	4,20	4,39	4,58	4,74	4,90	5,05	5,19	5,31	5,40	5,48
30°	3,06	3,21	3,35	3,50	3,63	3,77	3,91	4,02	4,15	4,28	4,40	4,52	4,75	4,96	5,16	5,35	5,52	5,67	5,79	5,91	5,99	6,04

Note: On peut utiliser cette table pour transformer la densité d^t_{20} en densité d^{20}_{20}.

TABLE VII

Table des corrections C de température sur la masse volumique des vins de 13 % vol ou plus mesurée à l'aide d'un aréomètre ou d'un pycnomètre en verre ordinaire à t° pour la ramener à 20 °C

$$\varrho_{20} = \varrho_t \pm \frac{c}{1\,000} \begin{cases} - \text{ si t° est inférieure à 20 °C} \\ + \text{ si t° est supérieure à 20 °C} \end{cases}$$

Temperatures	Vins de 13 % vol — Masses volumiques							Vins de 15 % vol — Masses volumiques							Vins de 17 % vol — Masses volumiques						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	2,24	2,58	2,93	3,27	3,59	3,89	4,18	2,51	2,85	3,20	3,54	3,86	4,02	4,46	2,81	3,15	3,50	3,84	4,15	4,45	4,74
11°	2,06	2,37	2,69	2,97	3,26	3,53	3,78	2,31	2,61	2,93	3,21	3,51	3,64	4,02	2,57	2,89	3,20	3,49	3,77	4,03	4,28
12°	1,87	2,14	2,42	2,67	2,94	3,17	3,40	2,09	2,36	2,64	2,90	3,16	3,27	3,61	2,32	2,60	2,87	3,13	3,39	3,63	3,84
13°	1,69	1,93	2,14	2,37	2,59	2,80	3,00	1,88	2,12	2,34	2,56	2,78	2,88	3,19	2,09	2,33	2,55	2,77	2,98	3,19	3,39
14°	1,49	1,70	1,90	2,09	2,27	2,44	2,61	1,67	1,86	2,06	2,25	2,45	2,51	2,77	1,83	2,03	2,23	2,42	2,61	2,77	2,94
15°	1,25	1,42	1,59	1,75	1,90	2,05	2,19	1,39	1,56	1,72	1,88	2,03	2,11	2,32	1,54	1,71	1,87	2,03	2,18	2,32	2,47
16°	1,03	1,17	1,30	1,43	1,55	1,67	1,78	1,06	1,27	1,40	1,53	1,65	1,77	1,88	1,25	1,39	1,52	1,65	1,77	1,89	2,00
17°	0,80	0,90	1,00	1,09	1,17	1,27	1,36	0,87	0,98	1,08	1,17	1,26	1,35	1,44	0,96	1,06	1,16	1,26	1,35	1,44	1,52
18°	0,54	0,61	0,68	0,75	0,81	0,86	0,92	0,60	0,66	0,73	0,80	0,86	0,91	0,97	0,66	0,72	0,79	0,86	0,92	0,97	1,03
19°	0,29	0,33	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,32	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,51	0,35	0,38	0,41	0,45	0,48	0,51	0,53
20°																					
21°	0,29	0,32	0,35	0,39	0,42	0,45	0,47	0,32	0,35	0,38	0,42	0,45	0,48	0,50	0,34	0,38	0,41	0,44	0,47	0,50	0,53
22°	0,57	0,64	0,70	0,76	0,82	0,88	0,93	0,63	0,69	0,75	0,81	0,87	0,93	0,98	0,68	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	1,04
23°	0,89	0,98	1,08	1,17	1,26	1,34	1,43	0,97	1,06	1,16	1,25	1,34	1,42	1,51	1,06	1,15	1,25	1,34	1,42	1,51	1,59
24°	1,22	1,34	1,44	1,56	1,68	1,79	1,90	1,32	1,44	1,54	1,66	1,78	1,89	2,00	1,43	1,55	1,65	1,77	1,89	2,00	2,11
25°	1,61	1,68	1,83	1,98	2,12	2,26	2,40	1,66	1,81	1,96	2,11	2,25	2,39	2,52	1,80	1,94	2,09	2,24	2,39	2,52	2,66
26°	1,87	2,05	2,22	2,40	2,56	2,71	2,87	2,02	2,20	2,37	2,54	2,70	2,85	3,01	2,18	2,36	2,53	2,71	2,86	3,02	3,17
27°	2,21	2,42	2,60	2,80	3,00	3,18	3,35	2,39	2,59	2,78	2,98	3,17	3,35	3,52	2,58	2,78	2,97	3,17	3,36	3,54	3,71
28°	2,56	2,80	3,02	3,25	3,47	3,67	3,89	2,75	2,89	3,22	3,44	3,66	3,86	4,07	2,97	3,21	3,44	3,66	3,88	4,09	4,30
29°	2,93	3,19	3,43	3,66	3,91	4,14	4,37	3,16	3,41	3,65	3,89	4,13	4,36	4,59	3,40	3,66	3,89	4,13	4,38	4,61	4,82
30°	3,31	3,57	3,86	4,15	4,41	4,66	4,92	3,55	3,81	4,10	4,38	4,66	4,90	5,16	3,82	4,08	4,37	4,65	4,93	5,17	5,42

Températures	Vins de 19 % vol — Masses volumiques							Vins de 21 % vol — Masses volumiques						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	3,14	3,48	3,83	4,17	4,48	4,78	5,07	3,50	3,84	4,19	4,52	4,83	5,12	5,41
11°	2,87	3,18	3,49	3,78	4,06	4,32	4,57	3,18	3,49	3,80	4,09	4,34	4,63	4,88
12°	2,58	2,86	3,13	3,39	3,65	3,88	4,10	2,86	3,13	3,41	3,67	3,92	4,15	4,37
13°	2,31	2,55	2,77	2,99	3,20	3,41	3,61	2,56	2,79	3,01	3,23	3,44	3,65	3,85
14°	2,03	2,23	2,43	2,61	2,80	2,96	3,13	2,23	2,43	2,63	2,81	3,00	3,16	3,33
15°	1,69	1,86	2,02	2,18	2,33	2,48	2,62	1,86	2,03	2,19	2,35	2,50	2,65	2,80
16°	1,38	1,52	1,65	1,78	1,90	2,02	2,13	1,51	1,65	1,78	1,91	2,03	2,15	2,26
17°	1,06	1,16	1,26	1,35	1,44	1,53	1,62	1,15	1,25	1,35	1,45	1,54	1,63	1,71
18°	0,73	0,79	0,85	0,92	0,98	1,03	1,09	0,79	0,85	0,92	0,98	1,05	1,10	1,15
19°	0,38	0,41	0,44	0,48	0,51	0,52	0,56	0,41	0,44	0,47	0,51	0,54	0,57	0,59
20°														
21°	0,37	0,41	0,44	0,47	0,50	0,53	0,56	0,41	0,44	0,47	0,51	0,54	0,57	0,59
22°	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	1,04	1,10	0,81	0,88	0,94	1,00	1,06	1,10	1,17
23°	1,15	1,30	1,34	1,43	1,51	1,60	1,68	1,25	1,34	1,44	1,63	1,61	1,70	1,78
24°	1,55	1,67	1,77	1,89	2,00	2,11	2,23	1,68	1,80	1,90	2,02	2,13	2,25	2,36
25°	1,95	2,09	2,24	2,39	2,53	2,67	2,71	2,11	2,25	2,40	2,55	2,69	2,83	2,97
26°	2,36	2,54	2,71	2,89	3,04	3,20	3,35	2,55	2,73	2,90	3,07	3,22	3,38	3,54
27°	2,79	2,99	3,18	3,38	3,57	3,75	3,92	3,01	3,20	3,40	3,59	3,78	3,96	4,13
28°	3,20	3,44	3,66	3,89	4,11	4,32	4,53	3,46	3,69	3,93	4,15	4,36	4,58	4,77
29°	3,66	3,92	4,15	4,40	4,64	4,87	5,08	3,95	4,20	4,43	4,68	4,92	5,15	5,36
30°	4,11	4,37	4,66	4,94	5,22	5,46	5,71	4,42	4,68	4,97	5,25	5,53	5,77	6,02

CONVERSION DE LA DENSITÉ RELATIVE EN MASSE VOLUMIQUE

TABLE VIII

Calcul de la masse volumique ϱ_{20} à partir de la densité relative et réciproquement (1)

$$\varrho_{20} = 0{,}998203\ d_{20}^{20} \text{ et } d_{20}^{20} = 1{,}001800\ \varrho_{20}$$

Plus simplement: $\varrho_{20} = d_{20}^{20} - \frac{c}{1\,000}$

Densités	0,960	0,980	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100
Corrections c	1,73	1,76	1,80	1,84	1,87	1,91	1,94	1,98
Densités	1,120	1,140	1,160	1,180	1,200	1,220	1,240	1,260
Corrections c	2,02	2,05	2,09	2,12	2,16	2,20	2,23	2,27
Densités	—	1,280	1,300	1,320	1,340	1,360	1,380	1,400
Corrections c	—	2,30	2,34	2,38	2,41	2,45	2,48	2,52

CORRESPONDANCE ENTRE LES DENSITÉS CORRIGÉES DE LA POUSSÉE DE L'AIR ET LES DENSITÉS NON CORRIGÉES DE CETTE POUSSÉE ET RÉCIPROQUEMENT

TABLE IX

Transformation des densités mesurées dans l'air en densités mesurées dans le vide

$$d\ (\text{vide}) = d\ (\text{air}) + \frac{c}{1\,000}\text{, valable pour 15 °C et 20 °C}$$

d	c	d	c
0,80	0,24	1,01	— 0,01
0,81	0,23	1,02	— 0,02
0,82	0,22	1,03	— 0,04
0,83	0,20	1,04	— 0,05
0,84	0,19	1,05	— 0,06
0,85	0,18	1,06	— 0,07
0,86	0,17	1,07	— 0,08
0,87	0,16	1,08	— 0,10
0,88	0,15	1,09	— 0,11
0,89	0,13	1,10	— 0,12
0,90	0,12	1,11	— 0,13
0,91	0,11	1,12	— 0,15
0,92	0,10	1,13	— 0,16
0,93	0,09	1,14	— 0,17
0,94	0,07	1,15	— 0,18
0,95	0,06	1,16	— 0,19
0,96	0,05	1,17	— 0,20
0,97	0,04	1,18	— 0,22
0,98	0,02	1,19	— 0,23
0,99	0,01	1,20	— 0,24

(1) Les densités 15/4 °C et 20/4 °C sont pratiquement égales aux masses volumiques à 15 °C et à 20 °C. En toute rigueur, elles en diffèrent de $27 \cdot 10^{-6}$, la masse volumique de l'eau à 4 °C étant égale à 0,999 973 g/ml ou g/cm³ (le millilitre est actuellement défini comme égal à 1 cm³).

Donc $\varrho_{20} = 0{,}998\,203\ d_{20}^{20}$ (ou $d_{20}^{20} = 1{,}001\,800\ \varrho_{20}$)

alors que $d_4^{20} = 0{,}998\,230\ d_{20}^{20}$ (ou $d_{20}^{20} = 1{,}001\,773\ d_4^{20}$)

de même $d_4^{15} = 0{,}999\,130\ d_{15}^{15}$ (ou $d_{15}^{15} = 1{,}000\,870\ d_4^{15}$)

1.5. COMPLÉMENT À LA MÉTHODE DE RÉFÉRENCE: PYCNOMÉTRIE SUR BALANCE MONOPLATEAU

Principe

La méthode de référence pour la détermination de la masse volumique des moûts et des vins et pour la détermination du titre alcoométrique des vins prévoit l'utilisation d'une balance à 2 plateaux et d'un pycnomètre avec son flacon tare de même volume extérieur, pour annuler la poussée de l'air à chaque instant. Cette technique simple peut être appliquée avec une balance monoplateau moyennant la pesée supplémentaire du flacon tare pour suivre les variations de la poussée de l'air dans le temps:

— au moment de l'établissement des constantes du pycnomètre: poids du pycnomètre vide, volume à 20 °C, le poids T_0 du flacon tare est déterminé;

— au moment de la détermination d'une masse volumique, le poids T_1 du flacon tare est à nouveau déterminé et le poids du pycnomètre plein de liquide est corrigé de la valeur algébrique de la différence entre T_0 et T_1. La suite des calculs est inchangée.

Mode opératoire

1. *Étalonnage du pycnomètre*

Établir une fois pour toutes les caractéristiques suivantes du pycnomètre:

— son poids vide d'air P_0,

— son volume à 20 °C V_{20},

— en même temps, noter exactement le poids du flacon tare T_0.

Le poids du flacon tare T_0 est obtenu par simple pesée à 0,1 mg près.

Le poids du pycnomètre vide d'air P_0 est le poids P du pycnomètre propre et sec, rempli d'air, diminué de la masse m d'air qu'il contient. La masse m d'air est obtenue en multipliant la masse volumique de l'air par le volume du pycnomètre. Dans les conditions moyennes de température et de pression, on peut adopter pour la masse volumique de l'air la valeur de 0,0012 g/ml. Par ailleurs, et pour le calcul de m, on peut considérer que le volume du pycnomètre est numériquement égal à $P_1 - P$, P_1 étant le poids du pycnomètre plein d'eau relevé lors de la détermination de la masse en eau du pycnomètre à t °C.

$$\text{Donc: } P_0 = P - m, \text{ avec } m = 0{,}0012\,(P_1 - P)$$

Pour obtenir le volume à 20 °C du pycnomètre, déterminer le poids P_1 du pycnomètre plein d'eau dégazée et affleuré à t °C. Cette température doit être mesurée à 0,02 °C près.

La masse M_t de l'eau à t °C contenue dans le pycnomètre est égale à:

$$M_t = P_1 - P_0$$

En multipliant M_t par le facteur F (produit de l'inverse de la masse volumique de l'eau à t °C par le rapport des volumes du pycnomètre à t °C et à 20 °C) donné dans le tableau I (page 5), on obtient le volume du pycnomètre à 20 °C.

$$V_{20} = F\,(P_1 - P_0)$$

2. *Détermination d'une masse volumique*

Au moment de la détermination, on pèse simplement le flacon tare à 0,1 mg près: soit T_1 ce poids.

On pèse ensuite le pycnomètre plein de liquide (moût, vin ou distillat) à t °C soit P_2.

On calcule alors la différence: $dT = T_1 - T_0$ qui représente la variation de la poussée de l'air.

La masse L_t du liquide contenu dans le pycnomètre à t °C est égale à: $L_t = P_2 - (P_0 + dT)$

Il est évidemment nécessaire de respecter le signe de dT,

La masse volumique apparente ϱ_t est égale au rapport de L_t à V_{20}

$$\varrho_t = \frac{P_2 - (P_0 + dT)}{V_{20}}$$

Connaissant la masse volumique apparente à t °C, on détermine la masse volumique à 20 °C du liquide étudié: vin sec, moût naturel et concentré, vin doux, résidu sans alcool, comme il est indiqué à la page 5.

Exemple numérique

1. Étalonnage du pycnomètre:

Poids du flacon tare:	$T_0 = 171{,}9160$
Poids du pycnomètre plein d'air:	$P = 67{,}7913$
Poids du pycnomètre plein d'eau à 21,65 °C:	$P_1 = 169{,}2715$
Masse d'air contenue dans le pycnomètre:	$m = 0{,}0012\ (169{,}2715 - 67{,}7913)$ $= 0{,}1218$
Poids du pycnomètre vide:	$P_0 = 67{,}7913 - 0{,}1218 = 67{,}6695$
Volume du pycnomètre à 20 °C:	$V_{20\,°C} = 1{,}002140\ (169{,}2715 - 67{,}6695)$ $= 101{,}8194$ ml ou $0{,}1018194$ dm³

2. Détermination de la masse volumique apparente d'un vin:

Poids du flacon tare au moment de la détermination	$T_1 = 171{,}9178$
Pycnomètre plein de vin à 18 °C:	$P_2 = 169{,}2799$
Variation de la poussée de l'air:	$dT = 171{,}9178 - 171{,}9160 = + 0{,}0018$
Masse du vin à 18 °C:	$L_t = 169{,}2799 - (67{,}6695 + 0{,}0018)$ $= 101{,}6086$
Masse volumique apparente du vin à 18 °C:	$\varrho\ 18\,°C = \dfrac{101{,}6086}{101{,}8194} = 0{,}99793$ g/ml

3. Calcul de la masse volumique à 20 °C:

Procéder comme il est indiqué à la page 5.

1.5. DEUXIÈME MÉTHODE USUELLE

Densimétrie par la balance hydrostatique

Appareil et étalonnage du flotteur

La balance hydrostatique, de portée maximale s'élevant au moins à 100 g, doit être sensible à un dixième de milligramme.

Sous chaque plateau est fixé un flotteur en verre pyrex (1) d'un volume d'au moins 20 ml. Un volume de 50 ou 100 ml est préférable. Ces deux flotteurs identiques doivent être suspendus par un fil de diamètre inférieur ou égal à 0,1 mm.

Le flotteur suspendu sous le plateau de droite doit pouvoir être introduit dans une éprouvette cylindrique, comportant un repère de niveau. Cette éprouvette doit avoir un diamètre intérieur supérieur d'au moins 6 mm à celui du flotteur. Ce dernier doit pouvoir être contenu entièrement dans le volume de l'éprouvette situé au-dessous du repère, la surface du liquide à mesurer ne devant être traversée que par le fil de suspension. La tenpérature du liquide contenu dans l'éprouvette est mesurée par un thermomètre gradué par un cinquième de degré.

Tarage de l'appareil

Les deux flotteurs étant dans l'air, on établit l'équilibre en plaçant sur le plateau de droite les masses marquées p.

On remplit l'éprouvette d'eau pure jusqu'au repère, on mesure la température t °C après agitation et repos de 2 ou 3 minutes. On rétablit l'équilibre à l'aide des masses marquées placées sur le plateau de droite, soit p′ ces masses.

Le volume du flotteur à 20 °C est égal à (2): $V_{20} = (p' - p)\ (F + 0{,}0012)$

(1) On peut employer des flotteurs en verre ordinaire; l'un deux, celui qui est destiné à être immergé dans le liquide dont on mesure la masse volumique, peut comporter un thermomètre pour la mesure de la température du liquide. Mais dans ce cas le tarage du flotteur doit être effectué à 20 °C, car les coefficients F n'ont pas été calculés pour des recipients ou des flotteurs en verre ordinaire, dont le coefficient de dilatation est plus élevé que celui du verre pyrex.

(2) Ce volume est fictif, car il n'a pas été tenu compte de la poussée de l'air sur les masses marquées. Il est préférable de conserver ce volume fictif pour ne pas avoir à introduire une correction de même nature, mais inverse sur la pesée principale. On peut obtenir le volume réel en multipliant V_{20} par 0,999857.

F étant le facteur donné par la table I.

p et V_{20} sont les caractéristiques du flotteur, car elles ne varient pas avec la poussée de l'air, celle-ci étant compensée par le flotteur tare du plateau de gauche.

Mode opératoire

Le flotteur de droite est plongé dans l'éprouvette remplie de vin (ou de moût) jusqu'au repère. Soit t °C la température du vin (ou du moût) et p'' les masses marquées qui rétablissent l'équilibre. La masse volumique apparente p_t est donnée par la formule:

$$\varrho_t = \frac{(p'' - p)}{V} + 0{,}0012$$

On ramène cette masse volumique à 20 °C par l'emploi d'une des tables II, III ou IV si le flotteur est en verre pyrex ou d'une des tables V, VI ou VII si le flotteur est en verre ordinaire.

L'emploi d'une balance hydrostatique automatique est autorisé si son emploi conduit à la connaissance de la masse volumique à 20 °C avec la même précision.

2. TITRE ALCOOMÉTRIQUE VOLUMIQUE
(degré alcoolique volumétrique)

2.1. DÉFINITION

Le titre alcoométrique volumique acquis est exprimé par le symbole « % vol ». Il est égal au nombre de litres d'alcool éthylique (1) contenu dans 100 l de produit, ces volumes étant tous deux mesurés à la température de 20 °C (2).

2.2. PRINCIPES DES MÉTHODES

a) Pour les vins:

aa) Méthode de référence: double distillation et mesure de la densité du distillat par pycnométrie. Degré déterminé à 0,05 % vol près,

bb) Méthodes usuelles:

— première méthode usuelle: distillation simple du liquide alcalinisé, mesure du degré par aréométrie. Degré déterminé à 0,1 % vol près,

— deuxième méthode usuelle: distillation simple du liquide alcalinisé, mesure du degré par la balance hydrostatique. Degré déterminé à 0,1 % vol près;

b) Pour les moûts et les moûts partiellement fermentés d'un titre alcoométrique volumique acquis égal ou inférieur à 6 % vol:

aa) Méthode de référence: méthode de dosage chimique de l'alcool,

bb) Méthodes usuelles: les méthodes qui sont visées sous a) bb).

2.3. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE POUR LES VINS

Appareils

1. Appareil de distillation: Il se compose d'un ballon de 1 000 ml à rodage normalisé surmonté d'une colonne rectificatrice de 20 cm de long ou, à défaut, d'une poire de Kjeldahl pour empêcher le primage. Pour éviter toute pyrogénation des matières extractives, ce ballon chauffé au gaz doit être placé sur un disque percé d'un trou de 8 cm de diamètre. La vapeur est conduite dans un réfrigérant de West (3) placé verticalement. Le distillat est dirigé dans le fond du ballon récepteur par un tube effilé. En été, ce ballon doit être plongé dans de l'eau glacée.

   On peut utiliser tout autre modèle d'appareil de distillation, tout autre mode de rétention des vapeurs d'alcool, ou employer l'entraînement par la vapeur d'eau pour distiller l'alcool, à condition que l'appareil employé selon le mode adopté réponde à l'essai suivant: 200 ml de mélange hydroalcoolique de 10 % vol distillé cinq fois de suite doit présenter un titre alcoométrique d'au moins 9,9 % vol après la dernière distillation, c'est-à-dire qu'il ne doit pas se produire de perte d'alcool supérieure à 0,02 % vol au cours d'une distillation.

2. Pycnomètre: Cet appareil est identique à celui indiqué pour la mesure de la masse volumique; la tare doit avoir une masse à peine supérieure (de 1 à 2 g au plus) à celle du pycnomètre plein d'eau. Il est étalonné comme il est indiqué pour cette mesure (chapitre « masse volumique et densité relative $\frac{20}{20}$ », page 3).

Mode opératoire

Les vins jeunes ou mousseux sont préalablement débarrassés de la plus grande quantité de leur gaz carbonique, par agitation de 250 ml de vin dans un flacon de 500 ml préalablement siliconé intérieurement par 3 gouttes de solution à 1 % et séché.

1. Distillation. — Dans un ballon jaugé de 200 ml, dont le col a 12 mm de diamètre intérieur au maximum, mesurer le vin à analyser en notant sa température. On peut sans inconvénient employer un volume plus petit ou plus grand de vin, mais au moins égal à 150 ml.

---

(1) Comme, dans la pratique, on ne sépare pas exactement l'alcool éthylique de ses homologues qui existent en petite quantité dans le vin, l'ensemble des alcools volatils sera mesuré comme alcool éthylique. De même, l'alcool des esters est compris dans le titre alcoométrique volumique.

(2) On peut aussi exprimer la quantité d'alcool en grammes par litre à 20 °C en multipliant le titre alcoométrique volumique par le facteur 7,8924.

(3) Ce réfrigérant est constitué par un cylindre de verre mince placé dans un manchon de verre dont le diamètre intérieur est supérieur de 1 mm seulement au diamètre extérieur du cylindre à réfrigérer. De cette manière, l'eau froide circule avec rapidité contre la paroi à réfrigérer.

Verser ce vin dans le ballon de l'appareil où l'on a placé une dizaine de fragments de matière poreuse inerte (porcelaine dégourdie, verre fritté, pierre ponce, etc.). Rincer le ballon quatre fois avec 5 ml d'eau. Ajouter 10 ml d'un lait de chaux à 120 g de CaO par litre. La matière colorante du vin doit avoir viré par l'alcalinité. Dans ce cas des vins très acides, piqués, etc., ajouter de la chaux jusqu'à alcalinisation franche à la phénolphtaléine observée par touches externes. Recueillir le distillat dans un ballon de 200 ml, dans lequel on a placé 10 ml environ d'eau pure dans laquelle doit plonger le tube effilé terminant le réfrigérant. On doit recueillir un volume égal aux trois quarts environ du volume initial.

Redistiller ce distillat, mais en ajoutant dans le ballon 1 ml d'acide sulfurique à 10 % et les fragments de matière poreuse inerte sèche nécessaires pour activer la distillation, et en rinçant encore quatre fois le ballon avec 5 ml d'eau.

Recueillir ce nouveau distillat dans le même ballon que celui qui a servi à la mesure du volume du vin employé, et où l'on a placé également 10 ml d'eau distillée. Après agitation, affleurer au trait de jauge à une température identique à la température initiale, à $\pm$ 2 °C près.

2. Mesure de la masse volumique du distillat. — On remplit avec soin le pycnomètre avec le distillat à la température ambiante; on place le pycnomètre dans l'enceinte calorifugée; on agite le liquide par retournement à deux ou trois reprises jusqu'à ce que la température lue sur le thermomètre soit constante. On affleure exactement au bord supérieur du tube latéral. On essuie ce tube latéral; on place le bouchon récepteur et on note la température t ° avec le même soin que précédemment, et on essuie soigneusement le pycnomètre. On le pèse, soit p″ le poids qui réalise l'équilibre.

   La différence p + m — p″ entre la tare corrigée et la masse p″ donne la masse du liquide contenu dans l'appareil (correction faite de la poussée de l'air).

   On calcule alors la masse volumique apparente ϱ_t en divisant cette masse par le volume à 20 °C.

3. Usage de la table des masses volumiques apparentes ϱ_t des mélanges hydroalcooliques déduite de la table internationale. Sur la table, on cherche sur la ligne horizontale correspondant à la température entière immédiatement inférieure à t °, la plus petite masse volumique supérieure à ϱ_t. On utilise la différence tabulaire lue au-dessous de cette masse volumique pour calculer la masse volumique ϱ à cette température entière.

   Sur la ligne de cette température entière, on lit la différence entre la masse volumique ϱ' de la table immédiatement supérieure à ϱ et la masse volumique calculée. Cette différence est divisée par la différence tabulaire lue à la droite de la masse volumique ϱ'. Le quotient donne la partie décimale du titre alcoométrique, tandis que la partie entière de ce degré est indiquée au sommet de la colonne dans laquelle se trouve la masse volumique ϱ'.

   Note:
   On peut éviter tout calcul lors des mesures quotidiennes en calculant une fois pour toutes une table particulière à chaque pycnomètre, qui donne les poids ϱ'' qui rétablissent l'équilibre de la balance pour chaque degré alcoolique et chaque température (par degrés entiers).

   Cette table est calculée à l'aide de la table des masses volumiques apparentes par titre alcoométrique et par degrés de température entiers en multipliant les masses volumiques de la table par le volume du pycnomètre à 20 °C et en retranchant ces masses du poids p + m.

   De cette table calculée pour chaque % vol d'alcool et chaque degré de température entiers, on pourra déduire par interpolation arithmétique les poids p″ par dixièmes de % vol d'alcool et dixièmes de degré de température, si on le juge utile.

Exemple de calcul du titre alcoométrique d'un vin

Les constantes du pycnomètre ont été déterminées et calculées comme il est indiqué au chapitre « masse volumique et densité ».

Calculs	*Exemple numérique*
1. Pesée du pycnomètre plein de distillat:	
Tare = pycnomètre + distillat à t °C + p″	t °C = 18,90 °C t °C corrigé = 18,70 °C p″ = 2,8074 g
p + m — p″ = masse du distillat à t °C	105,0698 — 2,8074 = 102,2624 g
Masse volumique apparente à t °C $\varrho_t = \frac{p+m-p''}{\text{volume du pycnomètre à } 20\,^\circ C}$	$\varrho\ 18{,}70\,^\circ C = \frac{102{,}2624}{104{,}0229} = 0{,}983076$
2. Calcul du titre alcoométrique:	
	Sur la ligne 18 °C de la table des masses volumiques apparentes, la plus petite masse supérieure à la masse observée 0,983076 est 0,98398, dans la colonne 11 % vol.
On se reporte à la table des masses volumiques apparentes des mélanges hydro-alcooliques à différentes températures, comme il est indiqué plus haut.	La masse volumique à 18 °C est: $(98307{,}6 + 0{,}7 \times 22)\ 10^{-5} = 0{,}98323$ 0,98398 — 0,98323 = 0,00075. La partie décimale du titre alcoométrique est 75/116 = 0,65. Le titre alcoométrique est: 11,65 % vol.

TITRE ALCOOMÉTRIQUE INTERNATIONAL À 20 °C

Table des masses volumiques apparentes des mélanges hydroalcooliques · Pycnomètre en pyrex Masses volumiques à t°, corrigées de la poussée de l'air

Titre alcoométrique volumique en % vol

Température

	0		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10		11	
0	999,64	1,50	998,14	1,44	996,70	1,40	995,30	1,35	993,95	1,30	992,65	1,24	991,41	1,19	990,22	1,14	989,08	1,10	987,98	1,05	986,93	1,00	985,93	0.95
	+ 0,07		+ 0,06		+ 0,06		+ 0,06		+ 0,06		+ 0,06		+ 0,06		+ 0,05		+ 0,04		+ 0,03		+ 0,02		+ 0,01	
1	999,71	1,51	998,20	1,44	996,76	1,40	995,36	1,35	994,01	1,30	992,71	1,24	991,47	1,20	990,27	1,15	989,12	1,11	988,01	1,06	986,95	1,01	985,94	0,97
	+ 0,05		+ 0,05		+ 0,04		+ 0,04		+ 0,04		+ 0,04		+ 0,03		+ 0,03		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,01		0,00	
2	999,76	1,51	998,25	1,45	996,80	1,40	995,40	1,35	994,05	1,30	992,75	1,25	991,50	1,20	990,30	1,16	989,14	1,11	988,03	1,07	986,96	1,02	985,94	0,98
	+ 0,03		+ 0,03		+ 0,03		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,01		+ 0,01		0,00		0,01		0,02	
3	999,79	1,51	998,28	1,45	996,83	1,41	995,42	1,35	994,07	1,30	992,77	1,25	991,52	1,21	990,31	1,16	989,15	1,12	988,03	1,08	986,95	1,03	985,92	1,00
	+ 0,02		+ 0,02		+ 0,01		+ 0,02		+ 0,01		+ 0,01		0,00		0,00		0,01		0,02		0,03		0,04	
4	999,81	1,51	998,30	1,46	996,84	1,40	995,44	1,36	994,08	1,30	992,78	1,26	991,52	1,21	990,31	1,17	989,14	1,13	988,01	1,09	986,92	1,04	985,88	1,00
	0,00		0,00		0,00		0,00		0,01		0,02		0,02		0,02		0,02		0,03		0,04		0,05	
5	999,81	1,51	998,30	1,46	996,84	1,40	995,44	1,37	994,07	1,31	992,76	1,26	991,50	1,21	990,29	1,17	989,12	1,14	987,98	1,10	986,88	1,05	985,83	1,01
	0,01		0,01		0,01		0,02		0,01		0,02		0,03		0,04		0,05		0,05		0,05		0,06	
6	999,80	1,51	998,29	1,46	996,83	1,41	995,42	1,36	994,06	1,32	992,74	1,27	991,47	1,22	990,25	1,18	989,07	1,14	987,93	1,10	986,83	1,06	985,77	1,03
	0,03		0,03		0,03		0,03		0,04		0,04		0,04		0,05		0,06		0,07		0,08		0,09	
7	999,77	1,51	998,26	1,46	996,80	1,41	995,39	1,37	994,02	1,32	992,70	1,27	991,43	1,23	990,20	1,19	989,01	1,15	987,86	1,11	986,75	1,07	985,68	1,03
	0,05		0,04		0,04		0,05		0,05		0,05		0,05		0,06		0,06		0,07		0,08		0,09	
8	999,72	1,50	998,22	1,46	996,76	1,42	995,34	1,37	993,97	1,32	992,65	1,27	991,38	1,24	990,14	1,19	988,95	1,16	987,79	1,12	986,67	1,08	985,59	1,05
	0,05		0,06		0,06		0,06		0,06		0,06		0,07		0,07		0,08		0,09		0,10		0,11	
9	999,67	1,51	998,16	1,46	996,70	1,42	995,28	1,37	993,91	1,32	992,59	1,28	991,31	1,24	990,07	1,20	988,87	1,17	987,70	1,13	986,57	1,09	985,48	1,06
	0,07		0,07		0,07		0,07		0,07		0,08		0,08		0,09		0,09		0,10		0,11		0,12	
10	999,60	1,51	998,09	1,46	996,63	1,42	995,21	1,37	993,84	1,33	992,51	1,28	991,23	1,25	989,98	1,20	988,78	1,17	987,60	1,14	986,46	1,10	985,36	1,06
	0,09		0,09		0,09		0,08		0,09		0,09		0,10		0,10		0,11		0,11		0,12		0,13	
11	999,51	1,51	998,00	1,46	996,54	1,41	995,13	1,38	993,75	1,33	992,42	1,29	991,13	1,25	989,88	1,21	988,67	1,18	987,49	1,15	986,34	1,11	985,23	1,07
	0,10		0,09		0,09		0,10		0,10		0,11		0,11		0,11		0,12		0,13		0,13		0,14	
12	999,41	1,50	997,91	1,46	996,45	1,42	995,03	1,38	993,65	1,34	992,31	1,29	991,02	1,25	989,77	1,22	988,55	1,19	987,36	1,15	986,21	1,12	985,09	1,09
	0,11		0,11		0,11		0,11		0,11		0,11		0,12		0,12		0,13		0,14		0,15		0,16	
13	999,30	1,50	997,80	1,46	996,34	1,42	994,92	1,38	993,54	1,34	992,20	1,30	990,90	1,25	989,65	1,23	988,42	1,20	987,22	1,16	986,06	1,13	984,93	1,09
	0,12		0,12		0,12		0,13		0,13		0,13		0,13		0,14		0,14		0,15		0,16		0,16	
14	999,18	1,50	997,68	1,46	996,22	1,43	994,79	1,38	993,41	1,34	992,07	1,30	990,77	1,26	989,51	1,23	988,28	1,21	987,07	1,17	985,90	1,13	984,77	1,11
	0,13		0,14		0,14		0,13		0,13		0,14		0,14		0,15		0,16		0,16		0,17		0,18	
15	999,05	1,51	997,54	1,46	996,08	1,42	994,66	1,38	993,28	1,35	991,93	1,30	990,63	1,27	989,36	1,24	988,12	1,21	986,91	1,18	985,73	1,14	984,59	1,12
	0,15		0,14		0,14		0,15		0,15		0,15		0,16		0,16		0,17		0,17		0,18		0,19	
16	998,90	1,50	997,40	1,46	995,94	1,43	994,51	1,38	993,13	1,35	991,78	1,31	990,47	1,27	989,20	1,25	987,95	1,21	986,74	1,19	985,55	1,15	984,40	1,13
	0,16		0,16		0,16		0,16		0,16		0,17		0,17		0,18		0,18		0,19		0,19		0,20	
17	998,74	1,50	997,24	1,46	995,78	1,43	994,35	1,38	992,97	1,36	991,61	1,31	990,30	1,28	989,02	1,25	987,77	1,22	986,55	1,19	985,36	1,16	984,20	1,14
	0,17		0,17		0,17		0,16		0,17		0,17		0,18		0,18		0,19		0,20		0,21		0,22	
18	998,57	1,50	997,07	1,46	995,61	1,42	994,19	1,39	992,80	1,36	991,44	1,32	990,12	1,28	988,84	1,26	987,58	1,23	986,35	1,20	985,15	1,17	983,98	1,14
	0,18		0,18		0,18		0,19		0,19		0,19		0,19		0,20		0,20		0,20		0,21		0,22	
19	998,39	1,50	996,89	1,46	995,43	1,43	994,00	1,39	992,61	1,36	991,25	1,32	989,93	1,29	988,64	1,26	987,38	1,23	986,15	1,21	984,94	1,18	983,76	1,16
	0,19		0,19		0,19		0,19		0,19		0,19		0,20		0,20		0,21		0,22		0,23		0,24	
20	998,20	1,50	996,70	1,46	995,24	1,43	993,81	1,39	992,42	1,36	991,06	1,33	989,73	1,29	988,44	1,27	987,17	1,24	985,93	1,22	984,71	1,19	983,52	1,16

	0		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10		11	
20	998,20	1,50	996,70	1,46	995,24	1,43	993,81	1,39	992,42	1,36	991,06	1,33	989,73	1,29	988,44	1,27	987,17	1,24	985,93	1,22	984,71	1,19	983,52	1,16
	0,20		0,20		0,20		0,20		0,21		0,21		0,21		0,22		0,22		0,23		0,24		0,24	
21	998,00	1,50	996,50	1,46	995,04	1,43	993,61	1,40	992,21	1,36	990,85	1,33	989,52	1,30	988,22	1,27	986,95	1,25	985,70	1,23	984,47	1,19	983,28	1,18
	0,21		0,21		0,21		0,21		0,21		0,22		0,22		0,23		0,24		0,24		0,24		0,26	
22	997,79	1,50	996,29	1,46	994,83	1,43	993,40	1,40	992,00	1,37	990,63	1,33	989,30	1,31	987,99	1,28	986,71	1,25	985,46	1,23	984,23	1,21	983,02	1,18
	0,22		0,22		0,23		0,23		0,23		0,23		0,24		0,24		0,24		0,25		0,26		0,25	
23	997,57	1,50	996,07	1,47	994,60	1,43	993,17	1,40	991,77	1,37	990,40	1,34	989,06	1,31	987,75	1,28	986,47	1,26	985,21	1,24	983,97	1,20	982,77	1,20
	0,24		0,23		0,23		0,23		0,24		0,24		0,24		0,25		0,26		0,26		0,27		0,29	
24	997,33	1,49	995,84	1,47	994,37	1,43	992,94	1,41	991,53	1,37	990,16	1,34	988,82	1,32	987,50	1,29	986,21	1,26	984,95	1,25	983,70	1,22	982,48	1,20
	0,24		0,25		0,24		0,25		0,24		0,25		0,26		0,26		0,26		0,27		0,28		0,28	
25	997,09	1,50	995,59	1,46	994,13	1,44	992,69	1,40	991,29	1,38	989,91	1,35	988,56	1,32	987,24	1,29	985,95	1,27	984,68	1,26	983,42	1,22	982,20	1,21
	0,25		0,25		0,26		0,25		0,26		0,26		0,26		0,26		0,28		0,28		0,28		0,30	
26	996,84	1,50	995,34	1,47	993,87	1,43	992,44	1,41	991,03	1,38	989,65	1,35	988,30	1,32	986,98	1,31	985,67	1,27	984,40	1,26	983,14	1,24	981,90	1,22
	0,26		0,26		0,26		0,27		0,27		0,27		0,27		0,28		0,28		0,29		0,30		0,30	
27	996,58	1,50	995,08	1,47	993,61	1,44	992,17	1,41	990,76	1,38	989,38	1,35	988,03	1,33	986,70	1,31	985,39	1,28	984,11	1,27	982,84	1,24	981,60	1,23
	0,27		0,27		0,27		0,27		0,28		0,28		0,29		0,29		0,29		0,30		0,31		0,32	
28	996,31	1,50	994,81	1,47	993,34	1,44	991,90	1,42	990,48	1,38	989,10	1,36	987,74	1,33	986,41	1,31	985,10	1,29	983,81	1,28	982,53	1,25	981,28	1,23
	0,28		0,28		0,29		0,29		0,28		0,29		0,29		0,30		0,31		0,31		0,31		0,32	
29	996,03	1,50	994,53	1,47	993,06	1,45	991,61	1,41	990,20	1,39	988,81	1,36	987,45	1,34	986,11	1,32	984,79	1,29	983,50	1,28	982,22	1,26	980,96	1,24
	0,28		0,29		0,29		0,29		0,30		0,30		0,31		0,31		0,31		0,32		0,32		0,33	
30	995,75	1,51	994,24	1,47	992,77	1,45	991,32	1,42	989,90	1,39	988,51	1,37	987,14	1,34	985,80	1,32	984,48	1,30	983,18	1,28	981,90	1,27	980,63	1,25
	0,30		0,30		0,30		0,30		0,31		0,31		0,31		0,31		0,32		0,33		0,34		0,34	
31	995,45	1,51	993,94	1,47	992,47	1,45	991,02	1,43	989,59	1,39	988,20	1,37	986,83	1,34	985,49	1,33	984,16	1,31	982,85	1,29	981,56	1,27	980,29	1,26
	0,31		0,31		0,31		0,32		0,31		0,32		0,32		0,33		0,33		0,34		0,35		0,36	
32	995,14	1,51	993,63	1,47	992,16	1,46	990,70	1,42	989,28	1,40	987,88	1,37	986,51	1,35	985,16	1,33	983,83	1,32	982,51	1,30	981,21	1,28	979,93	1,26
	0,31		0,31		0,32		0,32		0,32		0,33		0,33		0,34		0,35		0,35		0,35		0,35	
33	994,83	1,51	993,32	1,48	991,84	1,46	990,38	1,42	988,96	1,41	987,55	1,37	986,18	1,36	984,82	1,34	983,48	1,32	982,16	1,30	980,86	1,28	979,58	1,28
	0,32		0,33		0,33		0,33		0,35		0,34		0,35		0,35		0,34		0,35		0,36		0,37	
34	994,51	1,52	992,99	1,48	991,51	1,46	990,05	1,44	988,61	1,40	987,21	1,38	985,83	1,36	984,47	1,33	983,14	1,33	981,81	1,31	980,50	1,29	979,21	1,28
	0,33		0,33		0,34		0,35		0,34		0,35		0,35		0,35		0,36		0,36		0,36		0,37	
35	994,18	1,52	992,66	1,49	991,17	1,47	989,70	1,43	988,27	1,41	986,86	1,38	985,48	1,36	984,12	1,34	982,78	1,33	981,45	1,31	980,14	1,30	978,84	1,29
	0,34		0,35		0,35		0,35		0,35		0,35		0,35		0,36		0,36		0,37		0,37		0,38	
36	993,84	1,53	992,31	1,49	990,82	1,47	989,35	1,43	987,92	1,41	986,51	1,38	985,13	1,37	983,76	1,34	982,42	1,34	981,08	1,31	979,77	1,31	978,46	1,29
	0,35		0,35		0,36		0,35		0,36		0,36		0,37		0,37		0,38		0,37		0,39		0,39	
37	993,49	1,53	991,96	1,50	990,46	1,46	989,00	1,44	987,56	1,41	986,15	1,39	984,76	1,37	983,39	1,35	982,04	1,33	980,71	1,33	979,38	1,31	978,07	1,30
	0,36		0,36		0,36		0,37		0,37		0,37		0,37		0,37		0,38		0,39		0,38		0,39	
38	993,13	1,53	991,60	1,50	990,10	1,47	988,63	1,44	987,19	1,41	985,78	1,39	984,39	1,37	983,02	1,36	981,66	1,34	980,32	1,32	979,00	1,32	977,68	1,31
	0,36		0,37		0,37		0,37		0,38		0,38		0,38		0,39		0,38		0,39		0,40		0,40	
39	992,77	1,54	991,23	1,50	989,73	1,47	988,26	1,45	986,81	1,41	985,40	1,39	984,01	1,38	982,63	1,35	981,28	1,35	979,93	1,33	978,60	1,32	977,28	1,32
	0,37		0,37		0,38		0,39		0,38		0,39		0,39		0,39		0,40		0,39		0,40		0,41	
40	992,40	1,54	990,86	1,51	989,35	1,48	987,87	1,44	986,43	1,42	985,01	1,39	983,62	1,38	982,24	1,36	980,88	1,34	979,54	1,34	978,20	1,33	976,87	1,32

TITRE ALCOOMÉTRIQUE INTERNATIONAL À 20 °C

Table des masses volumiques apparentes des mélanges hydroalcooliques · Pycnomètre en pyrex Masses volumiques à t°, corrigées de la poussée de l'air

Titre alcoométrique volumique en % vol

Température

	10		11		12		13		14		15		16		17		18		19		20		21	
0	986,93	1,00	985,93	0,95	984,98	0,92	984,06	0,88	983,18	0,84	982,34	0,80	981,54	0,78	980,76	0,75	980,01	0,73	979,28	0,72	978,56	0,70	977,86	0,70
	+ 0,02		+ 0,01		0,01		0,01		0,03		0,04		0,07		0,08		0,10		0,12		0,14		0,17	
1	986,95	1,01	985,94	0,97	984,97	0,92	984,05	0,90	983,15	0,85	982,30	0,83	981,47	0,79	980,68	0,77	979,91	0,75	979,16	0,74	978,42	0,73	977,69	0,72
	+ 0,01		0,00		0,01		0,03		0,04		0,07		0,08		0,10		0,12		0,14		0,16		0,18	
2	986,96	1,02	985,94	0,98	984,96	0,94	984,02	0,91	983,11	0,88	982,23	0,84	981,39	0,81	980,58	0,79	979,79	0,77	979,02	0,76	978,26	0,75	977,51	0,74
	0,01		0,02		0,04		0,05		0,06		0,07		0,09		0,11		0,13		0,15		0,17		0,19	
3	986,95	1,03	985,92	1,00	984,92	0,95	983,97	0,92	983,05	0,89	982,16	0,86	981,30	0,83	980,47	0,81	979,66	0,79	978,87	0,78	978,09	0,77	977,32	0,77
	0,03		0,04		0,04		0,06		0,07		0,09		0,10		0,12		0,14		0,16		0,18		0,20	
4	986,92	1,04	985,88	1,00	984,88	0,97	983,91	0,93	982,98	0,91	982,07	0,87	981,20	0,85	980,35	0,83	979,52	0,81	978,71	0,80	977,91	0,79	977,12	0,79
	0,04		0,05		0,06		0,07		0,09		0,10		0,12		0,14		0,15		0,17		0,19		0,22	
5	986,88	1,05	985,83	1,01	984,82	0,98	983,84	0,95	982,89	0,92	981,97	0,89	981,08	0,87	980,21	0,84	979,37	0,83	978,54	0,82	977,72	0,82	976,90	0,80
	0,05		0,06		0,08		0,09		0,10		0,12		0,13		0,14		0,17		0,19		0,21		0,22	
6	986,83	1,06	985,77	1,03	984,74	0,99	983,75	0,96	982,79	0,94	981,85	0,90	980,95	0,88	980,07	0,87	979,20	0,85	978,35	0,84	977,51	0,83	976,68	0,83
	0,08		0,09		0,09		0,10		0,12		0,13		0,15		0,16		0,18		0,19		0,21		0,23	
7	986,75	1,07	985,68	1,03	984,65	1,00	983,65	0,98	982,67	0,95	981,72	0,92	980,80	0,89	979,91	0,89	979,02	0,86	978,16	0,86	977,30	0,85	976,45	0,85
	0,08		0,09		0,11		0,13		0,13		0,14		0,15		0,18		0,19		0,21		0,23		0,25	
8	986,67	1,08	985,59	1,05	984,54	1,02	983,52	0,98	982,54	0,96	981,58	0,93	980,65	0,92	979,73	0,90	978,83	0,88	977,95	0,88	977,07	0,87	976,20	0,87
	0,10		0,11		0,12		0,12		0,14		0,16		0,18		0,19		0,21		0,22		0,24		0,26	
9	986,57	1,09	985,48	1,06	984,42	1,02	983,40	1,00	982,40	0,98	981,42	0,95	980,47	0,93	979,54	0,92	978,62	0,89	977,73	0,90	976,83	0,89	975,94	0,89
	0,11		0,12		0,12		0,14		0,16		0,17		0,18		0,20		0,20		0,23		0,24		0,26	
10	986,46	1,10	985,36	1,06	984,30	1,04	983,26	1,02	982,24	0,99	981,25	0,96	980,29	0,95	979,34	0,92	978,42	0,92	977,50	0,91	976,59	0,91	975,68	0,91
	0,12		0,13		0,14		0,16		0,16		0,17		0,19		0,20		0,23		0,25		0,27		0,29	
11	986,34	1,11	985,23	1,07	984,16	1,06	983,10	1,02	982,08	1,00	981,08	0,98	980,10	0,96	979,14	0,95	978,19	0,94	977,25	0,93	976,32	0,93	975,39	0,92
	0,13		0,14		0,16		0,16		0,18		0,19		0,21		0,22		0,24		0,25		0,27		0,28	
12	986,21	1,12	985,09	1,09	984,00	1,06	982,94	1,04	981,90	1,01	980,89	1,00	979,89	0,97	978,92	0,97	977,95	0,95	977,00	0,95	976,05	0,94	975,11	0,95
	0,15		0,16		0,16		0,18		0,19		0,20		0,21		0,23		0,24		0,26		0,28		0,30	
13	986,06	1,13	984,93	1,09	983,84	1,08	982,76	1,05	981,71	1,02	980,69	1,01	979,68	0,99	978,69	0,98	977,71	0,97	976,74	0,97	975,77	0,96	974,81	0,96
	0,16		0,16		0,18		0,18		0,20		0,22		0,23		0,24		0,26		0,27		0,28		0,30	
14	985,90	1,13	984,77	1,11	983,66	1,08	982,58	1,07	981,51	1,04	980,47	1,02	979,45	1,00	978,45	1,00	977,45	0,98	976,47	0,98	975,49	0,98	975,51	0,98
	0,17		0,18		0,19		0,20		0,21		0,22		0,24		0,25		0,26		0,28		0,30		0,32	
15	985,73	1,14	984,59	1,12	983,47	1,09	982,38	1,08	981,30	1,05	980,25	1,04	979,21	1,01	978,20	1,01	977,19	1,00	976,19	1,00	975,19	1,00	974,19	1,00
	0,18		0,19		0,20		0,22		0,22		0,24		0,24		0,27		0,28		0,30		0,31		0,32	
16	985,55	1,15	984,40	1,13	983,27	1,11	982,16	1,08	981,08	1,07	980,01	1,04	978,97	1,04	977,93	1,02	976,91	1,02	975,89	1,01	974,88	1,01	973,87	1,02
	0,19		0,20		0,21		0,22		0,23		0,24		0,26		0,27		0,29		0,30		0,32		0,33	
17	985,36	1,16	984,20	1,14	983,06	1,12	981,94	1,09	980,85	1,08	979,77	1,06	978,71	1,05	977,66	1,04	976,62	1,03	975,59	1,03	974,56	1,02	973,54	1,04
	0,21		0,22		0,22		0,23		0,25		0,26		0,27		0,28		0,29		0,31		0,32		0,35	
18	985,15	1,17	983,98	1,14	982,84	1,13	981,71	1,11	980,60	1,09	979,51	1,07	978,44	1,06	977,38	1,05	976,33	1,05	975,28	1,04	974,24	1,05	973,19	1,05
	0,21		0,22		0,24		0,24		0,25		0,26		0,28		0,29		0,31		0,32		0,34		0,35	
19	984,94	1,18	983,76	1,16	982,60	1,13	981,47	1,12	980,35	1,10	979,25	1,09	978,16	1,07	977,09	1,07	976,02	1,06	974,96	1,06	973,90	1,06	972,84	1,06
	0,23		0,24		0,24		0,26		0,27		0,28		0,29		0,30		0,31		0,33		0,34		0,36	
20	984,71	1,19	983,52	1,16	982,36	1,15	981,21	1,13	980,08	1,11	978,97	1,10	977,87	1,08	976,79	1,08	975,71	1,08	974,63	1,07	973,56	1,08	972,48	1,08

Température

	10		11		12		13		14		15		16		17		18		19		20		21	
20	984,71	1,19	983,52	1,16	982,36	1,15	981,21	1,13	980,08	1,11	978,97	1,10	977,87	1,08	976,79	1,08	975,71	1,08	974,63	1,07	973,56	1,08	972,48	1,08
	0,24		0,24		0,26		0,26		0,27		0,28		0,29		0,31		0,33		0,34		0,36		0,37	
21	984,47	1,19	983,28	1,18	982,10	1,15	980,95	1,14	979,81	1,12	978,69	1,11	977,58	1,10	976,48	1,10	975,38	1,09	974,29	1,09	973,20	1,09	972,11	1,09
	0,24		0,26		0,26		0,28		0,29		0,30		0,31		0,33		0,33		0,35		0,36		0,37	
22	984,23	1,21	983,02	1,18	981,84	1,17	980,67	1,15	979,52	1,13	978,39	1,12	977,27	1,12	976,15	1,10	975,05	1,11	973,94	1,10	972,84	1,10	971,74	1,12
	0,26		0,25		0,27		0,28		0,29		0,31		0,32		0,33		0,35		0,35		0,37		0,39	
23	983,97	1,20	982,77	1,20	981,57	1,18	980,39	1,16	979,23	1,15	978,08	1,13	976,95	1,13	975,82	1,12	974,70	1,11	973,59	1,12	972,47	1,12	971,35	1,13
	0,27		0,29		0,29		0,29		0,30		0,31		0,33		0,33		0,35		0,37		0,38		0,40	
24	983,70	1,22	982,48	1,20	981,28	1,18	980,10	1,17	978,93	1,16	977,77	1,15	976,62	1,13	975,49	1,14	974,35	1,13	973,22	1,13	972,09	1,14	970,95	1,14
	0,28		0,28		0,29		0,31		0,32		0,33		0,33		0,35		0,36		0,37		0,39		0,40	
25	983,42	1,22	982,20	1,21	980,99	1,20	979,79	1,18	978,61	1,17	977,44	1,15	976,29	1,15	975,14	1,15	973,99	1,14	972,85	1,15	971,70	1,15	970,55	1,16
	0,28		0,30		0,31		0,31		0,32		0,33		0,35		0,36		0,37		0,39		0,40		0,41	
26	983,14	1,24	981,90	1,22	980,68	1,20	979,48	1,19	978,29	1,18	977,11	1,17	975,94	1,16	974,78	1,16	973,62	1,16	972,46	1,16	971,30	1,16	970,14	1,17
	0,30		0,30		0,31		0,32		0,33		0,34		0,35		0,36		0,38		0,39		0,40		0,42	
27	982,84	1,24	981,60	1,23	980,37	1,21	979,16	1,20	977,96	1,19	976,77	1,18	975,59	1,17	974,42	1,18	973,24	1,17	972,07	1,17	970,90	1,18	969,72	1,18
	0,31		0,32		0,32		0,33		0,34		0,35		0,36		0,38		0,38		0,40		0,41		0,43	
28	982,53	1,25	981,28	1,23	980,05	1,22	978,83	1,21	977,62	1,20	976,42	1,19	975,23	1,19	974,04	1,18	972,86	1,19	971,67	1,18	970,49	1,20	969,29	1,20
	0,31		0,32		0,33		0,34		0,35		0,36		0,37		0,38		0,40		0,40		0,42		0,43	
29	982,22	1,26	980,96	1,24	979,72	1,23	978,49	1,22	977,27	1,21	976,06	1,20	974,86	1,20	973,66	1,20	972,46	1,19	971,27	1,20	970,07	1,21	968,86	1,22
	0,32		0,33		0,34		0,35		0,36		0,37		0,38		0,40		0,41		0,43		0,44		0,45	
30	981,90	1,27	980,63	1,25	979,38	1,24	978,14	1,23	976,91	1,22	975,69	1,21	974,48	1,22	973,26	1,21	972,05	1,21	970,84	1,21	969,63	1,22	968,41	1,23
	0,34		0,34		0,35		0,36		0,37		0,38		0,40		0,40		0,41		0,42		0,44		0,45	
31	981,56	1,27	980,29	1,26	979,03	1,25	977,78	1,24	976,54	1,23	975,31	1,23	974,08	1,22	972,86	1,22	971,64	1,22	970,42	1,23	969,19	1,23	967,96	1,24
	0,35		0,36		0,36		0,37		0,38		0,39		0,39		0,40		0,42		0,43		0,44		0,46	
32	981,21	1,28	979,93	1,26	978,67	1,26	977,41	1,25	976,16	1,24	974,92	1,23	973,69	1,23	972,46	1,24	971,22	1,23	969,99	1,24	968,75	1,25	967,50	1,25
	0,35		0,35		0,37		0,37		0,38		0,39		0,40		0,42		0,42		0,44		0,45		0,46	
33	980,86	1,28	979,58	1,28	978,30	1,26	977,04	1,26	975,78	1,25	974,53	1,24	973,29	1,25	972,04	1,24	970,80	1,25	969,55	1,25	968,30	1,26	967,04	1,27
	0,36		0,37		0,37		0,38		0,39		0,40		0,41		0,42		0,43		0,44		0,46		0,47	
34	980,50	1,29	979,21	1,28	977,93	1,27	976,66	1,27	975,39	1,26	974,13	1,25	972,88	1,26	971,62	1,25	970,37	1,26	969,11	1,27	967,84	1,27	966,57	1,29
	0,36		0,37		0,38		0,39		0,39		0,40		0,42		0,42		0,44		0,46		0,46		0,48	
35	980,14	1,30	978,84	1,29	977,55	1,28	976,27	1,27	975,00	1,27	973,73	1,27	972,46	1,26	971,20	1,27	969,93	1,28	968,65	1,27	967,38	1,29	966,09	1,30
	0,37		0,38		0,38		0,39		0,40		0,41		0,42		0,44		0,45		0,45		0,47		0,48	
36	979,77	1,31	978,46	1,29	977,17	1,29	975,88	1,28	974,60	1,28	973,32	1,28	972,04	1,28	970,76	1,28	969,48	1,28	968,20	1,29	966,91	1,30	965,61	1,32
	0,39		0,39		0,40		0,40		0,41		0,42		0,43		0,44		0,45		0,47		0,48		0,49	
37	978,38	1,31	978,07	1,30	976,77	1,29	975,48	1,29	974,19	1,29	972,90	1,29	971,61	1,29	970,32	1,29	969,03	1,30	967,73	1,30	966,43	1,31	965,12	1,33
	0,38		0,39		0,40		0,41		0,42		0,43		0,44		0,45		0,46		0,47		0,49		0,50	
38	979,00	1,32	977,68	1,31	976,37	1,30	975,07	1,30	973,77	1,30	972,47	1,30	971,17	1,30	969,87	1,30	968,57	1,31	967,26	1,32	965,94	1,32	964,62	1,34
	0,40		0,40		0,41		0,42		0,42		0,43		0,44		0,45		0,47		0,48		0,49		0,50	
39	978,60	1,32	977,28	1,32	975,96	1,31	974,65	1,30	973,35	1,31	972,04	1,31	970,73	1,31	969,42	1,32	968,10	1,32	966,78	1,33	965,45	1,33	964,12	1,36
	0,40		0,41		0,41		0,42		0,43		0,44		0,45		0,46		0,47		0,48		0,49		0,51	
40	978,20	1,33	976,87	1,32	975,55	1,32	974,23	1,31	972,92	1,32	971,60	1,32	970,28	1,32	968,96	1,33	967,63	1,33	966,30	1,34	964,96	1,35	963,61	1,37

TITRE ALCOOMÉTRIQUE INTERNATIONAL À 20 °C

Table des masses volumiques apparentes des mélanges hydroalcooliques · Pycnomètre en pyrex Masses volumiques à t°, corrigées de la poussée de l'air

Titre alcoométrique volumique en % vol

Températures

	20		21		22		23		24		25		26		27		28		29		30		31	
0	978,56	0,70	977,86	0,70	977,16	0,69	976,47	0,71	975,76	0,71	975,05	0,72	974,33	0,75	973,58	0,77	972,81	0,80	972,01	0,83	971,18	0,87	970,31	0,90
	0,14		0,17		0,19		0,22		0,24		0,26		0,29		0,31		0,34		0,36		0,39		0,41	
1	978,42	0,73	977,69	0,72	976,97	0,72	976,25	0,73	975,52	0,73	974,79	0,75	974,04	0,77	973,27	0,80	972,47	0,82	971,65	0,86	970,79	0,89	969,90	0,92
	0,16		0,18		0,20		0,23		0,25		0,28		0,30		0,32		0,34		0,37		0,39		0,41	
2	978,26	0,75	977,51	0,74	976,77	0,75	976,02	0,75	975,27	0,76	974,51	0,77	973,74	0,79	972,95	0,82	972,13	0,85	971,28	0,88	970,40	0,91	969,49	0,95
	0,17		0,19		0,22		0,23		0,26		0,28		0,31		0,33		0,36		0,38		0,40		0,42	
3	978,09	0,77	977,32	0,77	976,55	0,76	975,79	0,78	975,01	0,78	974,23	0,80	973,43	0,81	972,62	0,85	971,77	0,87	970,90	0,90	970,00	0,93	969,07	0,98
	0,18		0,20		0,22		0,25		0,27		0,29		0,31		0,34		0,36		0,38		0,40		0,43	
4	977,91	0,79	977,12	0,79	976,33	0,79	975,54	0,80	974,74	0,80	973,94	0,82	973,12	0,84	972,28	0,87	971,41	0,89	970,52	0,92	969,60	0,96	968,64	1,00
	0,19		0,22		0,23		0,26		0,27		0,30		0,33		0,35		0,37		0,39		0,42		0,44	
5	977,72	0,82	976,90	0,80	976,10	0,82	975,28	0,81	974,47	0,83	973,64	0,85	972,79	0,86	971,93	0,89	971,04	0,91	970,13	0,95	969,18	0,98	968,20	1,01
	0,21		0,22		0,25		0,26		0,29		0,31		0,33		0,35		0,37		0,40		0,42		0,44	
6	977,51	0,83	976,68	0,83	975,85	0,83	975,02	0,84	974,18	0,85	973,33	0,87	972,46	0,86	971,58	0,91	970,67	0,94	969,73	0,97	968,76	1,00	967,76	1,03
	0,21		0,23		0,25		0,28		0,30		0,32		0,34		0,36		0,38		0,40		0,42		0,44	
7	977,30	0,85	976,45	0,85	975,60	0,86	974,74	0,86	973,88	0,87	973,01	0,89	972,12	0,90	971,22	0,93	970,29	0,96	969,33	0,99	968,34	1,02	967,32	1,06
	0,23		0,25		0,27		0,28		0,31		0,33		0,35		0,37		0,40		0,42		0,43		0,46	
8	977,07	0,87	976,20	0,87	975,33	0,87	974,46	0,89	973,57	0,89	972,68	0,91	971,77	0,92	970,85	0,96	969,89	0,98	968,91	1,00	967,91	1,05	966,86	1,07
	0,24		0,26		0,28		0,30		0,31		0,34		0,35		0,38		0,39		0,41		0,44		0,46	
9	976,83	0,89	975,94	0,89	975,05	0,89	974,16	0,90	973,26	0,92	972,34	0,92	971,42	0,95	970,47	0,97	969,50	1,00	968,50	1,03	967,47	1,07	966,40	1,09
	0,24		0,26		0,28		0,30		0,33		0,34		0,37		0,39		0,41		0,43		0,45		0,46	
10	976,59	0,91	975,68	0,91	974,77	0,91	973,86	0,93	972,93	0,93	972,00	0,95	971,05	0,97	970,08	0,99	969,09	1,02	968,07	1,05	967,02	1,08	965,94	1,12
	0,27		0,29		0,30		0,33		0,34		0,36		0,38		0,40		0,42		0,44		0,46		0,47	
11	976,32	0,93	975,39	0,92	974,47	0,94	973,53	0,94	972,59	0,95	971,64	0,97	970,67	0,99	969,68	1,01	968,67	1,04	967,63	1,07	966,56	1,09	965,47	1,13
	0,27		0,28		0,31		0,32		0,34		0,36		0,38		0,40		0,42		0,44		0,45		0,48	
12	976,05	0,94	975,11	0,95	974,16	0,95	973,21	0,96	972,25	0,97	971,28	0,99	970,29	1,01	969,28	1,03	968,25	1,06	967,19	1,08	966,11	1,12	964,99	1,15
	0,28		0,30		0,31		0,33		0,35		0,37		0,39		0,41		0,43		0,45		0,47		0,49	
13	975,77	0,96	974,81	0,96	973,85	0,97	972,88	0,98	971,90	0,99	970,91	1,01	969,90	1,03	968,87	1,05	967,82	1,08	966,74	1,10	965,64	1,14	964,50	1,17
	0,28		0,30		0,32		0,34		0,36		0,38		0,40		0,41		0,43		0,45		0,47		0,49	
14	975,49	0,98	974,51	0,98	973,53	0,99	972,54	1,00	971,54	1,01	970,53	1,03	969,50	1,04	968,46	1,07	967,39	1,10	966,29	1,12	965,17	1,16	964,01	1,19
	0,30		0,32		0,34		0,35		0,37		0,39		0,40		0,42		0,44		0,46		0,48		0,49	
15	975,19	1,00	974,19	1,00	973,19	1,00	972,19	1,02	971,17	1,03	970,14	1,04	969,10	1,06	968,04	1,09	966,95	1,12	965,83	1,14	964,69	1,17	963,52	1,21
	0,31		0,32		0,34		0,36		0,37		0,39		0,41		0,43		0,45		0,46		0,48		0,51	
16	974,88	1,01	973,87	1,02	972,85	1,02	971,83	1,03	970,80	1,05	969,75	1,06	968,69	1,08	967,61	1,11	966,50	1,13	965,37	1,18	964,21	1,20	963,01	1,22
	0,32		0,33		0,35		0,37		0,39		0,40		0,42		0,44		0,45		0,48		0,50		0,50	
17	974,56	1,02	973,54	1,04	972,50	1,04	971,46	1,05	970,41	1,06	969,35	1,08	968,27	1,10	967,17	1,12	966,05	1,16	964,89	1,18	963,71	1,20	962,51	1,24
	0,32		0,35		0,36		0,37		0,39		0,41		0,43		0,45		0,47		0,48		0,49		0,52	
18	974,24	1,05	973,19	1,05	972,14	1,05	971,09	1,07	970,02	1,08	968,94	1,10	967,84	1,12	966,72	1,14	965,58	1,17	964,41	1,19	963,22	1,23	961,99	1,25
	0,34		0,35		0,36		0,39		0,40		0,42		0,43		0,45		0,47		0,48		0,50		0,52	
19	973,90	1,06	972,84	1,06	971,78	1,08	970,70	1,08	969,62	1,10	968,52	1,11	967,41	1,14	966,27	1,16	965,11	1,18	963,93	1,21	962,72	1,25	961,47	1,27
	0,34		0,36		0,38		0,39		0,41		0,42		0,45		0,46		0,47		0,49		0,51		0,52	
20	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,14	966,96	1,15	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	962,21	1,26	960,95	1,29

Température

	20		21		22		23		24		25		26		27		28		29		30		31	
20	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,14	966,96	1,15	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	962,21	1,26	960,95	1,29
	0,36		0,37		0,38		0,40		0,42		0,44		0,45		0,46		0,49		0,50		0,52		0,53	
21	973,20	1,09	972,11	1,09	971,02	1,11	969,91	1,12	968,79	1,13	967,66	1,15	966,51	1,16	965,35	1,20	964,15	1,21	962,94	1,25	961,69	1,27	960,42	1,31
	0,36		0,37		0,40		0,41		0,42		0,44		0,45		0,48		0,49		0,51		0,52		0,54	
22	972,84	1,10	971,74	1,12	970,62	1,12	969,50	1,13	968,37	1,15	967,22	1,16	966,06	1,19	964,87	1,21	963,66	1,23	962,43	1,26	961,17	1,29	959,88	1,32
	0,37		0,39		0,40		0,42		0,43		0,45		0,47		0,48		0,49		0,51		0,53		0,55	
23	972,47	1,12	971,35	1,13	970,22	1,14	969,08	1,14	967,94	1,17	966,77	1,18	965,59	1,20	964,39	1,22	963,17	1,25	961,92	1,28	960,64	1,31	959,33	1,33
	0,38		0,40		0,41		0,42		0,44		0,45		0,47		0,49		0,51		0,52		0,54		0,55	
24	972,09	1,14	970,95	1,14	969,81	1,15	968,66	1,16	967,50	1,18	966,32	1,20	965,12	1,22	963,90	1,24	962,66	1,26	961,40	1,30	960,10	1,32	958,78	1,35
	0,39		0,40		0,42		0,43		0,45		0,47		0,48		0,49		0,51		0,53		0,54		0,55	
25	971,70	1,15	970,55	1,16	969,39	1,16	968,23	1,18	967,05	1,20	965,85	1,21	964,64	1,23	963,41	1,26	962,15	1,28	960,87	1,31	959,56	1,33	958,23	1,37
	0,40		0,41		0,42		0,44		0,46		0,47		0,49		0,50		0,51		0,53		0,54		0,57	
26	971,30	1,16	970,14	1,17	968,97	1,18	967,79	1,20	966,59	1,21	965,38	1,23	964,15	1,24	962,91	1,27	961,64	1,30	960,34	1,32	959,02	1,36	957,66	1,38
	0,40		0,42		0,43		0,45		0,46		0,48		0,49		0,51		0,53		0,54		0,56		0,56	
27	970,90	1,18	969,72	1,18	968,54	1,20	967,34	1,21	966,13	1,23	964,90	1,24	963,66	1,26	962,40	1,29	961,11	1,31	959,80	1,34	958,46	1,36	957,10	1,40
	0,41		0,43		0,45		0,46		0,47		0,48		0,50		0,52		0,54		0,56		0,57		0,59	
28	970,49	1,20	969,29	1,20	968,09	1,21	966,88	1,22	965,66	1,24	964,42	1,26	963,16	1,28	961,88	1,31	960,57	1,33	959,24	1,35	957,89	1,38	956,51	1,41
	0,42		0,43		0,45		0,47		0,49		0,50		0,52		0,53		0,55		0,55		0,56		0,58	
29	970,07	1,21	968,86	1,22	967,64	1,23	966,41	1,24	965,17	1,25	963,92	1,28	962,64	1,29	961,35	1,31	960,04	1,35	958,69	1,36	957,33	1,40	955,93	1,42
	0,44		0,45		0,46		0,47		0,49		0,50		0,51		0,53		0,55		0,55		0,58		0,58	
30	969,63	1,22	968,41	1,23	967,18	1,24	965,94	1,26	964,68	1,26	963,42	1,29	962,13	1,31	960,82	1,33	959,49	1,35	958,14	1,39	956,75	1,40	955,35	1,44
	0,44		0,45		0,46		0,48		0,49		0,51		0,52		0,53		0,55		0,57		0,58		0,60	
31	969,19	1,23	967,96	1,24	966,72	1,26	965,46	1,27	964,19	1,28	962,91	1,30	961,61	1,32	960,29	1,35	958,94	1,37	957,57	1,40	956,17	1,42	954,75	1,44
	0,44		0,46		0,47		0,48		0,50		0,51		0,53		0,54		0,55		0,57		0,58		0,59	
32	968,75	1,25	967,50	1,25	966,25	1,27	964,98	1,29	963,69	1,29	962,40	1,32	961,08	1,33	959,75	1,36	958,39	1,39	957,00	1,41	955,59	1,43	954,16	1,46
	0,45		0,46		0,48		0,49		0,50		0,52		0,53		0,55		0,57		0,57		0,59		0,61	
33	968,30	1,26	967,04	1,27	965,77	1,28	964,49	1,30	963,19	1,31	961,88	1,33	960,55	1,35	959,20	1,38	957,82	1,39	956,43	1,43	955,00	1,45	953,55	1,47
	0,46		0,47		0,49		0,50		0,51		0,53		0,54		0,56		0,56		0,59		0,59		0,60	
34	967,84	1,27	966,57	1,29	965,28	1,29	963,99	1,31	962,68	1,33	961,35	1,34	960,01	1,37	958,64	1,38	957,26	1,42	955,84	1,43	954,41	1,46	952,95	1,49
	0,46		0,48		0,49		0,51		0,52		0,53		0,55		0,56		0,58		0,58		0,60		0,62	
35	967,38	1,29	966,09	1,30	964,79	1,31	963,48	1,32	962,16	1,34	960,82	1,36	959,46	1,38	958,08	1,40	956,68	1,42	955,26	1,45	953,81	1,48	952,33	1,50
	0,47		0,48		0,50		0,51		0,53		0,54		0,55		0,57		0,58		0,60		0,61		0,62	
36	966,91	1,30	965,61	1,32	964,29	1,32	962,97	1,34	961,63	1,35	960,28	1,37	958,91	1,40	957,51	1,41	956,10	1,44	954,66	1,46	953,20	1,49	951,71	1,51
	0,48		0,49		0,50		0,52		0,53		0,55		0,56		0,57		0,59		0,60		0,61		0,62	
37	966,43	1,31	965,12	1,33	963,79	1,34	962,45	1,35	961,10	1,37	959,73	1,38	958,35	1,41	956,94	1,43	955,51	1,45	954,06	1,47	952,59	1,50	951,09	1,53
	0,49		0,50		0,51		0,52		0,54		0,55		0,57		0,58		0,59		0,60		0,62		0,63	
38	965,94	1,32	964,62	1,34	963,28	1,35	961,93	1,37	960,56	1,38	959,18	1,40	957,78	1,42	956,36	1,44	954,92	1,46	953,46	1,49	951,97	1,51	950,46	1,54
	0,49		0,50		0,52		0,53		0,54		0,56		0,57		0,58		0,60		0,61		0,62		0,64	
39	965,45	1,33	964,12	1,36	962,76	1,36	961,40	1,38	960,02	1,40	958,62	1,41	957,21	1,43	955,78	1,46	954,32	1,47	952,85	1,50	951,35	1,53	949,82	1,55
	0,49		0,51		0,52		0,54		0,55		0,56		0,58		0,59		0,60		0,62		0,63		0,64	
40	964,96	1,35	963,61	1,37	962,24	1,38	960,86	1,39	959,47	1,41	958,06	1,43	956,63	1,44	955,19	1,47	953,72	1,49	952,23	1,51	950,72	1,54	949,18	1,57

TITRE ALCOOMÉTRIQUE INTERNATIONAL À 20 °C

Table des masses volumiques apparentes des mélanges hydroalcooliques — Appareils en verre ordinaire Masses volumiques à t°, corrigées de la poussée de l'air

Titre alcoométrique volumique en % vol

Température

	0		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10		11	
0	999,34	1,52	997,82	1,45	996,37	1,39	994,98	1,35	993,63	1,29	992,34	1,24	991,10	1,18	989,92	1,15	988,77	1,09	987,68	1,05	986,63	1,00	985,63	0,96
	+ 0,09		+ 0,09		+ 0,09		+ 0,08		+ 0,08		+ 0,08		+ 0,07		+ 0,05		+ 0,05		+ 0,04		+ 0,03		+ 0,02	
1	999,43	1,52	997,91	1,45	996,46	1,40	995,06	1,35	993,71	1,29	992,42	1,25	991,17	1,20	989,97	1,15	988,82	1,10	987,72	1,06	986,66	1,01	985,65	0,97
	+ 0,06		+ 0,06		+ 0,06		+ 0,06		+ 0,06		+ 0,05		+ 0,05		+ 0,04		+ 0,03		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,01	
2	999,49	1,52	997,97	1,45	996,52	1,40	995,12	1,35	993,77	1,30	992,47	1,25	991,22	1,21	990,01	1,16	988,85	1,11	987,74	1,06	986,68	1,02	985,66	0,98
	+ 0,05		+ 0,05		+ 0,04		+ 0,04		+ 0,04		+ 0,04		+ 0,03		+ 0,03		+ 0,03		+ 0,02		0,00		0,01	
3	999,54	1,52	998,02	1,46	996,56	1,40	995,16	1,35	993,81	1,30	992,51	1,26	991,25	1,21	990,04	1,16	988,88	1,12	987,76	1,08	986,68	1,03	985,65	0,99
	+ 0,03		+ 0,03		+ 0,03		+ 0,03		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,01		0,00		0,01		0,01		0,02	
4	999,57	1,52	998,05	1,46	996,59	1,40	995,19	1,36	993,83	1,30	992,53	1,26	991,27	1,22	990,05	1,17	988,88	1,13	987,75	1,08	986,67	1,04	985,63	1,00
	+ 0,02		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,01		0,00		0,00		0,00		0,01		0,02		0,03	
5	999,59	1,52	998,07	1,46	996,61	1,40	995,21	1,36	993,85	1,31	992,54	1,27	991,27	1,22	990,05	1,17	988,88	1,14	987,74	1,09	986,65	1,05	985,60	1,02
	0,00		0,00		0,00		0,01		0,01		0,01		0,01		0,02		0,03		0,03		0,04		0,06	
6	999,59	1,52	998,07	1,46	996,61	1,41	995,20	1,36	993,84	1,31	992,53	1,27	991,26	1,23	990,03	1,18	988,85	1,14	987,71	1,10	986,61	1,07	985,54	1,02
	0,01		0,01		0,01		0,01		0,01		0,02		0,02		0,02		0,03		0,04		0,05		0,06	
7	999,58	1,52	998,06	1,46	996,60	1,41	995,19	1,36	993,83	1,32	992,51	1,27	991,24	1,23	990,01	1,19	988,82	1,15	987,67	1,11	986,56	1,08	985,48	1,04
	0,03		0,03		0,03		0,03		0,04		0,04		0,05		0,05		0,06		0,07		0,07		0,08	
8	999,55	1,52	998,03	1,46	996,57	1,41	995,16	1,37	993,79	1,32	992,47	1,28	991,19	1,23	989,96	1,20	988,76	1,16	987,60	1,11	986,49	1,09	985,40	1,05
	0,04		0,04		0,04		0,04		0,04		0,04		0,05		0,06		0,06		0,06		0,08		0,08	
9	999,51	1,52	997,99	1,46	996,53	1,41	995,12	1,37	993,75	1,32	992,43	1,29	991,14	1,24	989,90	1,20	988,70	1,16	987,54	1,13	986,41	1,09	985,32	1,06
	0,06		0,06		0,06		0,06		0,06		0,07		0,07		0,07		0,08		0,09		0,10		0,11	
10	999,45	1,52	997,93	1,46	996,47	1,41	995,06	1,37	993,69	1,33	992,36	1,29	991,07	1,24	989,83	1,21	988,62	1,17	987,45	1,14	986,31	1,10	985,21	1,07
	0,07		0,06		0,06		0,07		0,07		0,07		0,07		0,08		0,09		0,10		0,10		0,11	
11	999,38	1,51	997,87	1,46	996,41	1,42	994,99	1,37	993,62	1,33	992,29	1,29	991,00	1,25	989,75	1,22	988,53	1,18	987,35	1,14	986,21	1,11	985,10	1,08
	0,09		0,09		0,09		0,09		0,09		0,09		0,10		0,11		0,11		0,11		0,12		0,13	
12	999,29	1,51	997,78	1,46	996,32	1,42	994,90	1,37	993,53	1,33	992,20	1,30	990,90	1,26	989,64	1,22	988,42	1,18	987,24	1,15	986,09	1,12	984,97	1,09
	0,09		0,09		0,09		0,09		0,10		0,10		0,10		0,10		0,11		0,12		0,13		0,14	
13	999,20	1,51	997,69	1,46	996,23	1,42	994,81	1,38	993,43	1,33	992,10	1,30	990,80	1,26	989,54	1,23	988,31	1,19	987,12	1,16	985,96	1,13	984,83	1,10
	0,11		0,11		0,11		0,11		0,11		0,12		0,12		0,13		0,13		0,14		0,15		0,16	
14	999,09	1,51	997,58	1,46	996,12	1,42	994,70	1,38	993,32	1,34	991,98	1,30	990,68	1,27	989,41	1,23	988,18	1,20	986,98	1,17	985,81	1,14	984,67	1,11
	0,12		0,12		0,12		0,12		0,12		0,12		0,13		0,13		0,14		0,14		0,15		0,16	
15	998,97	1,51	997,46	1,46	996,00	1,42	994,58	1,38	993,20	1,34	991,86	1,31	990,55	1,27	989,28	1,24	988,04	1,20	986,84	1,18	985,66	1,15	984,51	1,12
	0,13		0,13		0,13		0,13		0,14		0,14		0,14		0,15		0,15		0,17		0,17		0,18	
16	998,84	1,51	997,33	1,46	995,87	1,42	994,45	1,39	993,06	1,34	991,72	1,31	990,41	1,28	989,13	1,24	987,89	1,22	986,67	1,18	985,49	1,16	984,33	1,13
	0,14		0,14		0,14		0,14		0,14		0,15		0,15		0,15		0,16		0,17		0,17		0,18	
17	998,70	1,51	997,19	1,46	995,73	1,42	994,31	1,39	992,92	1,35	991,57	1,31	990,26	1,28	988,98	1,25	987,73	1,22	986,50	1,18	985,32	1,17	984,15	1,14
	0,15		0,15		0,16		0,16		0,16		0,16		0,17		0,17		0,18		0,18		0,19		0,19	
18	998,55	1,51	997,04	1,47	995,57	1,42	994,15	1,39	992,76	1,35	991,41	1,32	990,09	1,28	988,81	1,26	987,55	1,23	986,32	1,19	985,13	1,17	983,96	1,15
	0,17		0,16		0,16		0,16		0,16		0,16		0,17		0,18		0,18		0,19		0,20		0,21	
19	998,38	1,50	996,88	1,47	995,41	1,42	993,99	1,39	992,60	1,35	991,25	1,33	989,92	1,29	988,63	1,26	987,37	1,24	986,13	1,20	984,93	1,18	983,75	1,16
	0,18		0,18		0,18		0,18		0,19		0,19		0,19		0,20		0,21		0,21		0,22		0,23	
20	998,20	1,50	996,70	1,47	995,23	1,42	993,81	1,40	992,41	1,35	991,06	1,33	989,73	1,30	988,43	1,27	987,16	1,24	985,92	1,21	984,71	1,19	983,52	1,17

Température

	0		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10		11	
20	998,20	1,50	996,70	1,47	995,23	1,42	993,81	1,40	992,41	1,35	991,06	1,33	989,73	1,30	988,43	1,27	987,16	1,24	985,92	1,21	984,71	1,19	983,52	1,17
	0,19		0,19		0,19		0,19		0,19		0,20		0,20		0,21		0,21		0,22		0,23		0,23	
21	998,01	1,50	996,51	1,47	995,04	1,42	993,62	1,40	992,22	1,36	990,86	1,33	989,53	1,31	988,22	1,27	986,95	1,25	985,70	1,22	984,48	1,19	983,29	1,17
	0,20		0,20		0,19		0,20		0,20		0,20		0,21		0,21		0,22		0,22		0,23		0,24	
22	997,81	1,50	996,31	1,46	994,85	1,43	993,42	1,40	992,02	1,36	990,66	1,34	989,32	1,31	988,01	1,28	986,73	1,25	985,48	1,23	984,25	1,20	983,05	1,18
	0,21		0,21		0,21		0,21		0,21		0,22		0,22		0,22		0,23		0,24		0,24		0,25	
23	997,60	1,50	996,10	1,46	994,64	1,43	993,21	1,40	991,81	1,37	990,44	1,34	989,10	1,31	987,79	1,29	986,50	1,26	985,24	1,23	984,01	1,21	982,80	1,19
	0,21		0,21		0,22		0,22		0,22		0,22		0,23		0,23		0,23		0,24		0,25		0,26	
24	997,39	1,50	995,89	1,47	994,42	1,43	992,99	1,40	991,59	1,37	990,22	1,35	988,87	1,31	987,56	1,29	986,27	1,27	985,00	1,24	983,76	1,22	982,54	1,20
	0,23		0,23		0,23		0,23		0,24		0,24		0,24		0,25		0,25		0,25		0,26		0,27	
25	997,16	1,50	995,66	1,47	994,19	1,43	992,76	1,41	991,35	1,37	989,98	1,35	988,63	1,32	987,31	1,29	986,02	1,27	984,75	1,25	983,50	1,23	982,27	1,21
	0,23		0,23		0,23		0,24		0,24		0,24		0,24		0,25		0,26		0,27		0,27		0,28	
26	996,93	1,50	995,43	1,47	993,96	1,44	992,52	1,41	991,11	1,37	989,74	1,35	988,39	1,33	987,06	1,30	985,76	1,28	984,48	1,25	983,23	1,24	981,99	1,22
	0,25		0,25		0,25		0,25		0,25		0,26		0,26		0,26		0,27		0,28		0,29		0,29	
27	996,68	1,50	995,18	1,47	993,71	1,44	992,27	1,41	990,86	1,38	989,48	1,35	988,13	1,33	986,80	1,31	985,49	1,29	984,20	1,26	982,94	1,24	981,70	1,23
	0,25		0,25		0,26		0,26		0,26		0,26		0,27		0,28		0,28		0,28		0,29		0,30	
28	996,43	1,50	994,93	1,48	993,45	1,44	992,01	1,41	990,60	1,38	989,22	1,36	987,86	1,34	986,52	1,31	985,21	1,29	983,92	1,27	982,65	1,25	981,40	1,23
	0,26		0,27		0,27		0,27		0,27		0,28		0,28		0,28		0,29		0,29		0,30		0,31	
29	996,17	1,51	994,66	1,48	993,18	1,44	991,74	1,41	990,33	1,39	988,94	1,36	987,58	1,34	986,24	1,32	984,92	1,29	983,63	1,28	982,35	1,26	981,09	1,24
	0,27		0,27		0,27		0,28		0,28		0,28		0,28		0,29		0,29		0,30		0,31		0,32	
30	995,90	1,51	994,39	1,48	992,91	1,45	991,46	1,41	990,05	1,39	988,66	1,37	987,29	1,34	985,95	1,32	984,63	1,30	983,33	1,29	982,04	1,27	980,77	1,25
	0,29		0,29		0,29		0,29		0,30		0,30		0,30		0,31		0,31		0,32		0,32		0,32	
31	995,61	1,51	994,10	1,48	992,62	1,45	991,17	1,42	989,75	1,39	988,36	1,37	986,99	1,35	985,64	1,33	984,31	1,30	983,01	1,29	981,72	1,27	980,45	1,26
	0,29		0,29		0,29		0,29		0,30		0,31		0,31		0,31		0,31		0,32		0,33		0,34	
32	995,32	1,51	993,81	1,48	992,33	1,45	990,88	1,42	989,45	1,40	988,05	1,37	986,68	1,35	985,33	1,33	984,00	1,31	982,69	1,30	981,39	1,28	980,11	1,26
	0,30		0,31		0,31		0,31		0,31		0,31		0,31		0,32		0,33		0,33		0,34		0,34	
33	995,02	1,52	993,50	1,48	992,02	1,45	990,57	1,43	989,14	1,40	987,74	1,37	986,37	1,36	985,01	1,34	983,67	1,31	982,36	1,31	981,05	1,28	979,77	1,27
	0,30		0,31		0,31		0,31		0,31		0,32		0,33		0,33		0,33		0,34		0,34		0,35	
34	994,72	1,53	993,19	1,48	991,71	1,45	990,26	1,43	988,83	1,41	987,42	1,38	986,04	1,36	984,68	1,34	983,34	1,32	982,02	1,31	980,71	1,29	979,42	1,28
	0,32		0,32		0,32		0,33		0,33		0,33		0,33		0,33		0,33		0,34		0,34		0,35	
35	994,40	1,53	992,87	1,48	991,39	1,46	989,93	1,43	988,50	1,41	987,09	1,38	985,71	1,36	984,35	1,34	983,01	1,33	981,68	1,31	980,37	1,30	979,07	1,29
	0,32		0,32		0,33		0,33		0,33		0,33		0,34		0,34		0,35		0,35		0,36		0,37	
36	994,08	1,53	992,55	1,49	991,06	1,46	989,60	1,43	988,17	1,41	986,76	1,39	985,37	1,36	984,01	1,35	982,66	1,33	981,33	1,32	980,01	1,31	978,70	1,29
	0,33		0,34		0,34		0,34		0,35		0,35		0,35		0,35		0,36		0,36		0,36		0,37	
37	993,75	1,54	992,21	1,49	990,72	1,46	989,26	1,44	987,82	1,41	986,41	1,39	985,02	1,37	983,65	1,35	982,30	1,33	980,97	1,32	979,65	1,32	978,33	1,30
	0,34		0,34		0,35		0,36		0,36		0,36		0,36		0,36		0,37		0,38		0,38		0,38	
38	993,41	1,54	991,87	1,50	990,37	1,47	988,90	1,44	987,46	1,41	986,05	1,39	984,66	1,37	983,29	1,36	981,93	1,34	980,59	1,32	979,27	1,32	977,95	1,31
	0,35		0,35		0,36		0,36		0,36		0,37		0,37		0,37		0,37		0,38		0,38		0,39	
39	993,06	1,54	991,52	1,51	990,01	1,47	988,54	1,44	987,10	1,41	985,68	1,39	984,29	1,37	982,92	1,36	981,56	1,34	980,22	1,33	978,89	1,33	977,56	1,31
	0,35		0,36		0,36		0,37		0,38		0,38		0,38		0,38		0,38		0,39		0,39		0,39	
40	992,71	1,55	991,16	1,51	989,65	1,48	988,17	1,45	986,72	1,42	985,30	1,39	983,91	1,37	982,54	1,36	981,18	1,35	979,83	1,33	978,50	1,33	977,17	1,32

TITRE ALCOOMÉTRIQUE INTERNATIONAL À 20 °C

Table des masses volumiques apparentes des mélanges hydroalcooliques — Appareils en verre ordinaire Masses volumiques à t°, corrigées de la poussée de l'air

Titre alcoométrique volumique en % vol

Température

	10		11		12		13		14		15		16		17		18		19		20		21	
0	986,63	1,00	985,63	0,96	984,67	0,92	983,75	0,87	982,88	0,84	982,04	0,81	981,23	0,77	980,46	0,75	979,71	0,73	978,98	0,72	978,26	0,70	977,56	0,70
	+ 0,03		+ 0,02		+ 0,01		0		0,02		0,04		0,05		0,07		0,09		0,11		0,13		0,15	
1	986,66	1,01	985,65	0,97	984,68	0,93	983,75	0,89	982,86	0,86	982,00	0,82	981,18	0,79	980,39	0,77	979,62	0,75	978,87	0,74	978,13	0,72	977,41	0,72
	+ 0,02		+ 0,01		0		0,01		0,03		0,04		0,06		0,08		0,10		0,12		0,14		0,17	
2	986,68	1,02	985,66	0,98	984,68	0,94	983,74	0,91	982,83	0,87	981,96	0,84	981,12	0,81	980,31	0,79	979,52	0,77	978,75	0,76	977,99	0,75	977,24	0,74
	0		0,01		0,02		0,04		0,05		0,06		0,08		0,10		0,12		0,14		0,16		0,18	
3	986,68	1,03	985,65	0,99	984,66	0,96	983,70	0,92	982,78	0,88	981,90	0,86	981,04	0,83	980,21	0,81	979,40	0,79	978,61	0,78	977,83	0,77	977,06	0,76
	0,01		0,02		0,03		0,04		0,05		0,07		0,08		0,10		0,12		0,14		0,16		0,18	
4	986,67	1,04	985,63	1,00	984,63	0,97	983,66	0,93	982,73	0,90	981,83	0,87	980,96	0,85	980,11	0,83	979,28	0,81	978,47	0,80	977,67	0,79	976,88	0,79
	0,02		0,03		0,05		0,06		0,08		0,09		0,11		0,13		0,14		0,16		0,18		0,20	
5	986,65	1,05	985,60	1,02	984,58	0,98	983,60	0,94	982,65	0,91	981,74	0,89	980,85	0,87	979,98	0,84	979,14	0,83	978,31	0,82	977,49	0,81	976,68	0,81
	0,04		0,06		0,06		0,07		0,08		0,10		0,11		0,13		0,15		0,17		0,19		0,21	
6	986,61	1,07	985,54	1,02	984,52	0,99	983,53	0,96	982,57	0,93	981,64	0,90	980,74	0,89	979,85	0,86	978,99	0,85	978,14	0,84	977,30	0,83	976,47	0,83
	0,05		0,06		0,08		0,09		0,10		0,12		0,14		0,15		0,17		0,19		0,20		0,22	
7	986,56	1,08	985,48	1,04	984,44	1,00	983,44	0,97	982,47	0,95	981,52	0,92	980,60	0,90	979,70	0,88	978,82	0,87	977,95	0,85	976,10	0,85	976,25	0,85
	0,07		0,08		0,09		0,10		0,11		0,12		0,14		0,16		0,18		0,19		0,21		0,23	
8	986,49	1,09	985,40	1,05	984,35	1,01	983,34	0,98	982,36	0,96	981,40	0,94	980,46	0,92	979,54	0,90	978,64	0,88	977,76	0,87	976,89	0,87	976,02	0,87
	0,08		0,08		0,09		0,11		0,13		0,14		0,15		0,16		0,18		0,20		0,22		0,24	
9	986,41	1,09	985,32	1,06	984,26	1,03	983,23	1,00	982,23	0,97	981,26	0,95	980,31	0,93	979,38	0,92	978,48	0,90	977,56	0,89	976,67	0,89	975,78	0,89
	0,10		0,11		0,12		0,13		0,14		0,16		0,17		0,18		0,19		0,21		0,23		0,25	
10	986,31	1,10	985,21	1,07	984,14	1,04	983,10	1,01	982,09	0,99	981,10	0,96	980,14	0,94	979,20	0,93	978,27	0,92	977,35	0,91	976,44	0,91	975,53	0,91
	0,10		0,11		0,12		0,13		0,15		0,16		0,17		0,19		0,21		0,23		0,25		0,27	
11	986,21	1,11	985,10	1,08	984,02	1,05	982,97	1,03	981,94	1,00	980,94	0,97	979,97	0,96	979,01	0,95	978,06	0,94	977,12	0,93	976,19	0,93	975,26	0,92
	0,12		0,13		0,14		0,15		0,16		0,17		0,19		0,21		0,22		0,24		0,26		0,27	
12	986,09	1,12	984,97	1,09	983,88	1,06	982,82	1,04	981,78	1,01	980,77	0,99	979,78	0,98	978,80	0,96	977,84	0,96	976,88	0,95	975,93	0,94	974,99	0,94
	0,13		0,14		0,15		0,16		0,17		0,19		0,20		0,21		0,23		0,24		0,26		0,28	
13	985,96	1,13	984,83	1,10	983,73	1,07	982,66	1,05	981,61	1,03	980,58	1,00	979,58	0,99	978,59	0,98	977,61	0,97	976,64	0,97	975,67	0,96	974,71	0,96
	0,15		0,16		0,17		0,18		0,19		0,20		0,22		0,23		0,24		0,26		0,27		0,29	
14	985,81	1,14	984,67	1,11	983,56	1,08	982,48	1,06	981,42	1,04	980,38	1,02	979,36	1,00	978,36	0,99	977,37	0,99	976,38	0,98	975,40	0,98	974,42	0,98
	0,15		0,16		0,17		0,18		0,19		0,20		0,22		0,24		0,26		0,27		0,28		0,30	
15	985,66	1,15	984,51	1,12	983,39	1,09	982,30	1,07	981,23	1,05	980,18	1,04	979,14	1,02	978,12	1,01	977,11	1,00	976,11	0,99	975,12	1,00	974,12	1,00
	0,17		0,18		0,19		0,20		0,21		0,22		0,23		0,25		0,26		0,28		0,30		0,31	
16	985,49	1,16	984,33	1,13	983,20	1,10	982,10	1,08	981,02	1,06	979,96	1,05	978,91	1,04	977,87	1,02	976,85	1,02	975,83	1,01	974,82	1,01	973,81	1,02
	0,17		0,18		0,19		0,20		0,21		0,23		0,24		0,25		0,27		0,29		0,30		0,31	
17	985,32	1,17	984,15	1,14	983,01	1,11	981,90	1,09	980,81	1,08	979,73	1,06	978,67	1,05	977,62	1,04	976,58	1,04	975,54	1,02	974,52	1,02	973,50	1,04
	0,19		0,19		0,20		0,22		0,24		0,25		0,26		0,27		0,28		0,29		0,31		0,33	
18	985,13	1,17	983,96	1,15	982,81	1,13	981,68	1,11	980,57	1,09	979,48	1,07	978,41	1,06	977,35	1,05	976,30	1,05	975,25	1,04	974,21	1,04	973,17	1,05
	0,20		0,21		0,22		0,23		0,24		0,25		0,26		0,27		0,29		0,30		0,32		0,34	
19	984,93	1,18	983,75	1,16	982,59	1,14	981,45	1,12	980,33	1,10	979,23	1,08	978,15	1,07	977,08	1,07	976,01	1,06	974,94	1,05	973,89	1,06	972,83	1,06
	0,22		0,23		0,24		0,24		0,25		0,26		0,28		0,29		0,30		0,31		0,33		0,35	
20	984,71	1,19	983,52	1,17	982,35	1,14	981,21	1,13	980,08	1,11	978,97	1,10	977,87	1,08	976,79	1,08	975,71	1,08	974,63	1,07	973,56	1,08	972,48	1,08

	10		11		12		13		14		15		16		17		18		19		20		21	
20	984,71	1,19	983,52	1,17	982,35	1,14	981,21	1,13	980,08	1,11	978,97	1,10	977,87	1,08	976,79	1,08	975,71	1,08	974,63	1,07	973,56	1,08	972,48	1,08
	0,23		0,23		0,23		0,25		0,26		0,28		0,29		0,31		0,32		0,33		0,35		0,36	
21	984,48	1,19	983,29	1,17	982,12	1,16	980,96	1,14	979,82	1,13	978,69	1,11	977,58	1,10	976,48	1,09	975,39	1,09	974,30	1,09	973,21	1,09	972,12	1,09
	0,23		0,24		0,25		0,26		0,27		0,28		0,29		0,31		0,32		0,33		0,35		0,36	
22	984,25	1,20	983,05	1,18	981,97	1,17	980,70	1,15	979,55	1,14	978,41	1,12	977,29	1,12	976,17	1,10	975,07	1,10	973,97	1,10	972,86	1,10	971,76	1,11
	0,24		0,25		0,26		0,27		0,28		0,29		0,30		0,31		0,33		0,34		0,35		0,37	
23	984,01	1,21	982,80	1,19	981,61	1,18	980,43	1,16	979,27	1,15	978,12	1,13	976,99	1,13	975,86	1,12	974,74	1,11	973,63	1,12	972,51	1,12	971,39	1,13
	0,25		0,26		0,27		0,28		0,29		0,30		0,31		0,32		0,33		0,35		0,36		0,38	
24	983,76	1,22	982,54	1,20	981,34	1,19	980,15	1,17	978,98	1,16	977,82	1,14	976,68	1,14	975,54	1,13	974,41	1,13	973,28	1,13	972,15	1,14	971,01	1,14
	0,26		0,27		0,28		0,29		0,30		0,31		0,32		0,33		0,35		0,36		0,38		0,39	
25	983,50	1,23	982,27	1,21	981,06	1,20	979,86	1,18	978,68	1,17	977,51	1,16	976,36	1,15	975,21	1,15	974,06	1,14	972,92	1,15	971,77	1,15	970,62	1,15
	0,27		0,28		0,29		0,29		0,30		0,31		0,33		0,34		0,35		0,37		0,38		0,39	
26	983,23	1,24	981,99	1,22	980,77	1,20	979,57	1,19	978,38	1,18	977,20	1,17	976,03	1,16	974,87	1,16	973,71	1,16	972,55	1,16	971,39	1,16	970,23	1,17
	0,29		0,29		0,30		0,31		0,32		0,33		0,34		0,36		0,37		0,38		0,39		0,41	
27	982,94	1,24	981,70	1,23	980,47	1,21	979,26	1,20	978,06	1,19	976,87	1,18	975,69	1,18	974,51	1,17	973,34	1,17	972,17	1,17	971,00	1,18	969,82	1,18
	0,29		0,30		0,30		0,31		0,32		0,33		0,35		0,36		0,38		0,39		0,40		0,41	
28	982,65	1,25	981,40	1,23	980,17	1,22	978,95	1,21	977,74	1,20	976,54	1,20	975,34	1,19	974,15	1,19	972,96	1,18	971,78	1,18	970,60	1,19	969,41	1,20
	0,30		0,31		0,32		0,33		0,34		0,35		0,36		0,37		0,38		0,39		0,40		0,42	
29	982,35	1,26	981,09	1,24	979,85	1,23	978,62	1,22	977,40	1,21	976,19	1,21	974,98	1,20	973,78	1,20	972,58	1,19	971,39	1,19	970,20	1,21	968,99	1,21
	0,31		0,32		0,33		0,34		0,35		0,36		0,37		0,38		0,38		0,40		0,42		0,43	
30	982,04	1,27	980,77	1,25	979,52	1,24	978,28	1,23	977,05	1,22	975,83	1,21	974,62	1,21	973,41	1,21	972,20	1,21	970,99	1,21	969,78	1,22	968,56	1,23
	0,32		0,32		0,33		0,34		0,35		0,36		0,37		0,38		0,39		0,40		0,42		0,43	
31	981,72	1,27	980,45	1,26	979,19	1,25	977,94	1,24	976,70	1,23	975,47	1,22	974,25	1,22	973,03	1,22	971,81	1,22	970,59	1,23	969,36	1,23	968,13	1,24
	0,33		0,34		0,34		0,35		0,36		0,37		0,38		0,39		0,40		0,42		0,43		0,45	
32	981,39	1,28	980,11	1,26	978,85	1,26	977,59	1,25	976,34	1,24	975,10	1,23	973,87	1,23	972,64	1,23	971,41	1,24	970,17	1,24	968,93	1,25	967,68	1,26
	0,34		0,34		0,35		0,35		0,36		0,37		0,39		0,40		0,41		0,42		0,43		0,45	
33	981,05	1,28	979,77	1,27	978,50	1,26	977,24	1,26	975,78	1,25	974,73	1,25	973,48	1,24	972,24	1,24	971,00	1,25	969,75	1,25	968,50	1,27	967,23	1,27
	0,34		0,35		0,36		0,37		0,38		0,39		0,40		0,41		0,42		0,43		0,45		0,45	
34	980,71	1,29	979,42	1,28	978,14	1,27	976,87	1,27	975,60	1,26	974,34	1,26	973,08	1,25	971,83	1,25	970,58	1,26	969,32	1,27	968,05	1,27	966,78	1,29
	0,34		0,35		0,36		0,37		0,38		0,39		0,40		0,41		0,43		0,44		0,45		0,47	
35	980,37	1,30	979,07	1,29	977,78	1,28	976,50	1,28	975,22	1,27	973,95	1,27	972,68	1,26	971,42	1,27	970,15	1,27	968,88	1,28	967,60	1,29	966,31	1,30
	0,36		0,37		0,37		0,38		0,38		0,39		0,40		0,42		0,43		0,44		0,45		0,47	
36	980,01	1,31	978,70	1,29	977,41	1,29	976,12	1,28	974,84	1,28	973,56	1,28	972,28	1,28	971,00	1,28	969,72	1,28	968,44	1,29	967,15	1,31	965,84	1,31
	0,36		0,37		0,38		0,39		0,40		0,41		0,42		0,43		0,44		0,45		0,46		0,47	
37	979,65	1,32	978,33	1,30	977,03	1,30	975,73	1,29	974,44	1,29	973,15	1,29	971,86	1,29	970,57	1,29	969,28	1,29	967,99	1,30	966,69	1,32	965,37	1,32
	0,38		0,38		0,39		0,39		0,40		0,41		0,42		0,43		0,44		0,46		0,47		0,48	
38	979,27	1,32	977,95	1,31	976,64	1,30	975,34	1,30	974,04	1,30	972,74	1,30	971,44	1,30	970,14	1,30	968,84	1,31	967,53	1,31	966,22	1,33	964,89	1,34
	0,38		0,39		0,39		0,40		0,41		0,42		0,43		0,44		0,45		0,46		0,48		0,49	
39	978,89	1,33	977,56	1,31	976,25	1,31	974,94	1,31	973,63	1,31	972,32	1,31	971,01	1,31	969,70	1,31	968,39	1,32	967,07	1,33	965,74	1,34	964,40	1,36
	0,39		0,39		0,40		0,41		0,42		0,42		0,43		0,45		0,47		0,48		0,49		0,50	
40	978,50	1,33	977,17	1,32	975,85	1,32	974,53	1,32	973,21	1,31	971,90	1,32	970,58	1,33	969,25	1,33	967,92	1,33	966,59	1,34	965,25	1,35	963,90	1,37

TITRE ALCOOMÉTRIQUE INTERNATIONAL À 20 °C

Table des masses volumiques apparentes des mélanges hydroalcooliques — Appareils en verre ordinaire Masses volumiques à t°, corrigées de la poussée de l'air

Titre alcoométrique volumique en % vol

Température

	20		21		22		23		24		25		26		27		28		29		30		31	
0	978,26	0,70	977,56	0,70	976,86	0,69	976,17	0,70	975,47	0,72	974,75	0,72	974,03	0,74	973,29	0,77	972,52	0,80	971,72	0,83	970,89	0,87	970,02	0,90
	0,13		0,15		0,17		0,20		0,22		0,24		0,27		0,30		0,32		0,35		0,37		0,39	
1	978,13	0,72	977,41	0,72	976,69	0,72	975,97	0,72	975,25	0,74	974,51	0,75	973,76	0,77	972,99	0,79	972,20	0,83	971,37	0,85	970,52	0,89	969,63	0,93
	0,14		0,17		0,19		0,21		0,24		0,26		0,29		0,31		0,34		0,36		0,38		0,41	
2	977,99	0,75	977,24	0,74	976,50	0,74	975,76	0,75	975,01	0,76	974,25	0,78	973,47	0,79	972,68	0,82	971,86	0,85	971,01	0,87	970,14	0,92	969,22	0,96
	0,16		0,18		0,20		0,23		0,25		0,27		0,29		0,32		0,34		0,36		0,38		0,40	
3	977,83	0,77	977,06	0,76	976,30	0,77	975,53	0,77	974,76	0,78	973,98	0,80	973,18	0,82	972,36	0,84	971,52	0,87	970,65	0,89	969,76	0,94	968,82	0,98
	0,16		0,18		0,21		0,23		0,25		0,28		0,30		0,32		0,34		0,36		0,39		0,42	
4	977,67	0,79	976,88	0,79	976,09	0,79	975,30	0,79	974,51	0,81	973,70	0,82	972,88	0,84	972,04	0,86	971,18	0,89	970,29	0,92	969,37	0,96	968,40	1,00
	0,18		0,20		0,22		0,24		0,26		0,28		0,30		0,33		0,35		0,38		0,40		0,41	
5	977,49	0,81	976,68	0,81	975,87	0,81	975,06	0,81	974,25	0,83	973,42	0,84	972,58	0,86	971,71	0,88	970,83	0,92	969,91	0,94	968,97	0,98	967,99	1,02
	0,19		0,21		0,23		0,25		0,27		0,30		0,33		0,34		0,37		0,39		0,41		0,43	
6	977,30	0,83	976,47	0,83	975,64	0,83	974,81	0,84	973,97	0,85	973,12	0,87	972,25	0,88	971,37	0,91	970,46	0,94	969,52	0,96	968,56	1,00	967,56	1,04
	0,20		0,22		0,24		0,26		0,28		0,30		0,32		0,35		0,37		0,39		0,41		0,43	
7	976,10	0,85	976,25	0,85	975,40	0,85	974,55	0,86	973,69	0,87	972,82	0,89	971,93	0,91	971,02	0,93	970,09	0,96	969,13	0,98	968,15	1,02	967,13	1,06
	0,21		0,23		0,25		0,27		0,29		0,31		0,33		0,35		0,37		0,39		0,42		0,44	
8	976,89	0,87	976,02	0,87	975,15	0,87	974,28	0,88	973,40	0,89	972,51	0,91	971,60	0,93	970,67	0,95	969,72	0,98	968,74	1,01	967,73	1,04	966,69	1,08
	0,22		0,24		0,26		0,28		0,30		0,32		0,34		0,36		0,39		0,41		0,43		0,45	
9	976,67	0,89	975,78	0,89	974,89	0,89	974,00	0,90	973,10	0,91	972,19	0,93	971,26	0,95	970,31	0,98	969,33	1,00	968,33	1,03	967,30	1,06	966,24	1,09
	0,23		0,25		0,27		0,29		0,31		0,33		0,35		0,37		0,39		0,41		0,43		0,45	
10	976,44	0,91	975,53	0,91	974,62	0,91	973,71	0,92	972,79	0,93	971,86	0,95	970,91	0,97	969,94	1,00	968,94	1,02	967,92	1,05	966,87	1,08	965,79	1,11
	0,25		0,27		0,28		0,30		0,32		0,34		0,36		0,38		0,40		0,42		0,44		0,45	
11	976,11	0,93	975,26	0,92	974,34	0,93	973,41	0,94	972,47	0,95	971,52	0,97	970,55	0,99	969,56	1,02	968,54	1,04	967,50	1,07	966,43	1,09	965,34	1,13
	0,26		0,27		0,29		0,31		0,33		0,35		0,37		0,39		0,40		0,42		0,44		0,46	
12	975,93	0,94	974,99	0,94	974,05	0,95	973,10	0,96	972,14	0,97	971,17	0,99	970,18	1,01	969,17	1,03	968,14	1,06	967,08	1,09	965,99	1,11	964,88	1,15
	0,26		0,28		0,30		0,32		0,34		0,36		0,38		0,39		0,41		0,43		0,45		0,47	
13	975,67	0,96	974,71	0,96	973,75	0,97	972,78	0,98	971,80	0,99	970,81	1,01	969,80	1,02	968,78	1,05	967,73	1,08	966,65	1,11	965,54	1,13	964,41	1,17
	0,27		0,29		0,31		0,33		0,35		0,37		0,38		0,40		0,42		0,44		0,45		0,47	
14	975,40	0,98	974,42	0,98	973,44	0,99	972,45	1,00	971,45	1,01	970,44	1,02	969,42	1,04	968,38	1,07	967,31	1,10	966,21	1,12	965,09	1,15	963,94	1,19
	0,28		0,30		0,32		0,33		0,35		0,37		0,39		0,41		0,43		0,45		0,47		0,49	
15	975,12	1,00	974,12	1,00	973,12	1,00	972,12	1,02	971,10	1,03	970,07	1,04	969,03	1,06	967,97	1,09	966,88	1,12	965,76	1,14	964,62	1,17	963,45	1,20
	0,30		0,31		0,33		0,35		0,36		0,38		0,40		0,42		0,44		0,45		0,47		0,49	
16	974,82	1,01	973,81	1,02	972,79	1,02	971,77	1,03	970,74	1,05	969,69	1,06	968,63	1,08	967,55	1,11	966,44	1,13	965,31	1,16	964,15	1,19	962,96	1,22
	0,30		0,31		0,33		0,35		0,37		0,38		0,40		0,42		0,43		0,45		0,47		0,49	
17	974,52	1,02	973,50	1,04	972,46	1,04	971,42	1,05	970,37	1,06	969,31	1,08	968,23	1,10	967,13	1,12	966,01	1,15	964,86	1,18	963,68	1,21	962,47	1,24
	0,31		0,33		0,34		0,36		0,38		0,40		0,42		0,43		0,45		0,47		0,48		0,50	
18	974,21	1,04	973,17	1,05	972,12	1,06	971,06	1,07	969,99	1,08	968,91	1,10	967,81	1,11	966,70	1,14	965,56	1,17	964,39	1,19	963,20	1,23	961,97	1,26
	0,32		0,34		0,35		0,36		0,38		0,40		0,42		0,44		0,46		0,47		0,49		0,50	
19	973,89	1,06	972,83	1,06	971,77	1,07	970,70	1,09	969,61	1,10	968,51	1,11	967,39	1,13	966,26	1,16	965,10	1,18	963,92	1,21	962,71	1,24	961,47	1,28
	0,33		0,35		0,37		0,39		0,40		0,41		0,42		0,45		0,46		0,48		0,50		0,52	
20	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,13	966,97	1,14	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	962,21	1,26	960,95	1,29

	20		21		22		23		24		25		26		27		28		29		30		31	
20	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,13	966,97	1,16	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	962,21	1,26	960,95	1,29
	0,35		0,36		0,37		0,39		0,40		0,42		0,44		0,45		0,47		0,49		0,50		0,52	
21	973,21	1,09	972,12	1,09	971,03	1,11	969,92	1,11	968,81	1,13	967,68	1,15	966,53	1,17	965,36	1,19	964,17	1,22	962,95	1,24	961,71	1,28	960,43	1,31
	0,35		0,36		0,38		0,39		0,41		0,43		0,44		0,46		0,48		0,49		0,51		0,52	
22	972,86	1,10	971,76	1,11	970,65	1,12	969,53	1,13	968,40	1,15	967,25	1,16	966,09	1,19	964,90	1,21	963,69	1,23	962,46	1,26	961,20	1,29	959,91	1,32
	0,35		0,37		0,39		0,40		0,42		0,43		0,45		0,46		0,48		0,50		0,52		0,53	
23	972,51	1,12	971,39	1,13	970,26	1,13	969,13	1,15	967,98	1,16	966,82	1,18	965,64	1,20	964,44	1,23	963,21	1,25	961,96	1,28	960,68	1,30	959,38	1,33
	0,36		0,38		0,39		0,41		0,42		0,44		0,46		0,48		0,49		0,51		0,52		0,54	
24	972,15	1,14	971,01	1,14	969,87	1,15	968,72	1,16	967,56	1,18	966,38	1,20	965,18	1,22	963,96	1,24	962,72	1,27	961,45	1,29	960,16	1,32	958,84	1,34
	0,38		0,39		0,40		0,42		0,44		0,45		0,46		0,48		0,50		0,51		0,53		0,54	
25	971,77	1,15	970,62	1,15	969,47	1,17	968,30	1,18	967,12	1,19	965,93	1,21	964,72	1,24	963,48	1,26	962,22	1,28	960,94	1,31	959,63	1,33	958,30	1,36
	0,38		0,39		0,41		0,42		0,44		0,46		0,48		0,49		0,50		0,52		0,53		0,55	
26	971,39	1,16	970,23	1,17	969,06	1,18	967,88	1,20	966,68	1,21	965,47	1,23	964,24	1,25	962,99	1,27	961,72	1,30	960,42	1,32	959,10	1,35	957,75	1,38
	0,39		0,41		0,42		0,44		0,45		0,46		0,48		0,50		0,51		0,52		0,53		0,55	
27	971,00	1,18	969,82	1,18	968,64	1,20	967,44	1,21	966,23	1,22	965,01	1,25	963,76	1,27	962,49	1,28	961,21	1,31	959,90	1,33	958,57	1,37	957,20	1,40
	0,40		0,41		0,43		0,44		0,46		0,48		0,49		0,50		0,52		0,53		0,55		0,56	
28	970,60	1,19	969,41	1,20	968,21	1,21	967,00	1,23	965,77	1,24	964,53	1,26	963,27	1,28	961,99	1,30	960,69	1,32	959,37	1,35	958,02	1,38	956,64	1,41
	0,40		0,42		0,43		0,45		0,46		0,48		0,49		0,50		0,52		0,54		0,55		0,56	
29	970,20	1,21	968,99	1,21	967,78	1,23	966,55	1,24	965,31	1,26	964,05	1,27	962,78	1,29	961,49	1,32	960,17	1,34	958,83	1,36	957,47	1,39	956,08	1,43
	0,42		0,43		0,45		0,46		0,47		0,48		0,50		0,52		0,53		0,54		0,56		0,58	
30	969,78	1,22	968,56	1,23	967,33	1,24	966,09	1,25	964,84	1,27	963,57	1,29	962,28	1,31	960,97	1,33	959,64	1,35	958,29	1,38	956,91	1,41	955,50	1,44
	0,42		0,43		0,44		0,45		0,47		0,49		0,51		0,52		0,53		0,55		0,56		0,58	
31	969,36	1,23	968,13	1,24	966,89	1,25	965,64	1,27	964,37	1,29	963,08	1,31	961,77	1,32	960,45	1,34	959,11	1,37	957,74	1,39	956,35	1,43	954,92	1,45
	0,43		0,45		0,46		0,48		0,49		0,50		0,51		0,52		0,54		0,56		0,57		0,58	
32	968,93	1,25	967,68	1,25	966,43	1,27	965,16	1,28	963,88	1,30	962,58	1,32	961,26	1,33	959,93	1,36	958,57	1,39	957,18	1,40	955,78	1,44	954,34	1,47
	0,43		0,45		0,47		0,48		0,50		0,51		0,52		0,54		0,55		0,56		0,58		0,59	
33	968,50	1,27	967,23	1,27	965,96	1,28	964,68	1,30	963,38	1,31	962,07	1,33	960,74	1,35	959,39	1,37	958,02	1,40	956,62	1,42	955,20	1,45	953,75	1,48
	0,45		0,45		0,47		0,49		0,50		0,51		0,52		0,54		0,55		0,56		0,58		0,60	
34	968,05	1,27	966,78	1,29	965,49	1,30	964,19	1,31	962,88	1,32	961,56	1,34	960,22	1,37	958,85	1,38	957,47	1,41	956,06	1,44	954,62	1,47	953,15	1,49
	0,45		0,47		0,48		0,49		0,50		0,52		0,54		0,55		0,57		0,58		0,59		0,60	
35	967,60	1,29	966,31	1,30	965,01	1,31	963,70	1,32	962,38	1,34	961,04	1,36	959,68	1,38	958,30	1,40	956,90	1,42	955,48	1,45	954,03	1,48	952,55	1,50
	0,45		0,47		0,48		0,49		0,51		0,53		0,54		0,55		0,57		0,59		0,60		0,61	
36	967,15	1,31	965,84	1,31	964,53	1,32	963,21	1,34	961,87	1,36	960,51	1,37	959,14	1,39	957,75	1,42	956,33	1,44	954,89	1,46	953,43	1,49	951,94	1,51
	0,46		0,47		0,48		0,50		0,52		0,53		0,55		0,56		0,57		0,58		0,60		0,61	
37	966,69	1,32	965,37	1,32	964,05	1,34	962,71	1,36	961,35	1,37	959,98	1,39	958,59	1,40	957,19	1,43	955,76	1,45	954,31	1,48	952,83	1,50	951,33	1,52
	0,47		0,48		0,50		0,51		0,52		0,54		0,55		0,57		0,58		0,59		0,60		0,61	
38	966,22	1,33	964,89	1,34	963,55	1,35	962,20	1,37	960,83	1,39	959,44	1,40	958,04	1,42	956,62	1,44	955,18	1,46	953,72	1,49	952,23	1,51	950,72	1,54
	0,48		0,49		0,51		0,52		0,53		0,54		0,56		0,57		0,58		0,60		0,61		0,62	
39	965,74	1,34	964,40	1,36	963,04	1,36	961,68	1,38	960,30	1,40	958,90	1,42	957,48	1,43	956,05	1,45	954,60	1,48	953,12	1,50	951,62	1,52	950,10	1,55
	0,49		0,50		0,51		0,53		0,54		0,55		0,56		0,58		0,60		0,61		0,62		0,64	
40	965,25	1,35	963,90	1,37	962,53	1,38	961,15	1,39	959,76	1,41	958,35	1,43	956,92	1,45	955,47	1,47	954,00	1,49	952,51	1,51	951,00	1,54	949,46	1,56

POUR LES MOÛTS ET LES MOÛTS PARTIELLEMENT FERMENTÉS

MÉTHODE DE DOSAGE CHIMIQUE DE L'ALCOOL

Cette méthode est réservée aux boissons peu alcoolisées (moins de 6 % vol) ainsi qu'au cas où on ne dispose que d'un échantillon de faible volume.

Solutions

a) Solution de bichromate de potassium: Dissoudre 33,600 g de bichromate de potassium rigoureusement pur dans une quantité suffisante d'eau distillée pour faire 1 l à 20 °C.

Cette solution correspond au titre alcoométrique international (1).

Un millilitre de cette solution oxyde 7,8924 mg d'alcool;

b) Solution de sulfate de fer et d'ammonium: Dissoudre 135 g de sulfate ferreux ammoniacal et 20 ml d'acide sulfurique pur dans une quantité d'eau suffisante pour faire 1 l. Cette solution correspond sensiblement à son demi-volume de solution de bichromate lorsqu'elle vient d'être préparée; elle s'oxyde lentement par la suite.

Cette solution doit être fréquemment retitrée par rapport à la solution de bichromate dont la conservation en flacon bouché à l'émeri est excellente. Ce titrage doit s'effectuer en utilisant *exactement* le même mode opératoire que pour le dosage de l'alcool, les 10 ml de dilution alcoolique sont seulement remplacés par un volume égal d'eau pure. De cette manière, on corrige l'effet des petites quantités de matières organiques qui existent parfois dans l'acide sulfurique;

c) Solution de permanganate de potassium: Dissoudre 1,083 g de permanganate de potassium dans une quantité suffisante d'eau pour faire 1 l;

d) Acide sulfurique dilué: À 500 ml d'eau distillée, ajouter peu à peu et en agitant 500 ml d'acide sulfurique pur. Après refroidissement, ajouter les quelques millilitres d'eau nécessaires pour avoir 1 l de solution;

e) Réactif à l'ortho-phénanthroline ferreuse: Dissoudre 0,695 g de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ dans 100 ml d'eau, ajouter 1,485 g de monohydrate d'ortho-phénanthroline. Chauffer pour favoriser la dissolution. Cette solution, de couleur rouge vif, se conserve très bien.

Mode opératoire

1. *Distillation:* Séparer l'alcool par distillation en utilisant l'appareil décrit à la page 16. Calculer les volumes de la prise d'essai et du distillat de manière que le degré alcoolique de ce dernier soit de l'ordre de 1 % vol et, de toutes façons, inférieur à 1,8 % vol.

Titre alcoométrique présumé	Volume de liquide (1) à utiliser V (ml)	Volume d'eau à ajouter avant de distiller (ml)	Volume auquel le distillat doit être porté (ml)
Inférieur à 0,8 % vol	200	0	100
Entre 0,8 et 1,5 % vol	100	20	100
Entre 1,5 et 3 % vol	50	70	100
Entre 3 et 6 % vol	25	100	100
Entre 6 et 9 % vol	20	100	100
Entre 9 et 18 % vol	20	200	200
Entre 18 et 22 % vol	20	200	250

(1) Vin ou moût.

(1) La masse de bichromate est de 33,791 g/l de solution à 15 °C pour le titre alcoométrique français à 15 °/15 ° et 33,611 g/l de solution pour le titre alcoométrique allemand à 20 °/20 °.
— 1 ml de la solution à 33,791 g/l oxyde 7,93634 mg d'alcool,
— 1 ml de la solution à 33,611 g/l oxyde 7,8940 mg d'alcool.

Ces correspondances entre le bichromate et l'alcool sont théoriques, elles ont été calculées d'après les masses volumiques ou les densités de l'alcool pur (100 % vol) indiquées sur les tables alcoométriques. Elles sont susceptibles de varier en fonction des masses atomiques des éléments, qui sont révisées tous les ans. Les nombres ci-dessus ont été calculés d'après la table de 1961. Ces variations n'ont aucune importance pratique, car elles sont minimes.

Placer dans l'appareil à entraînement ou le ballon de distillation décrit plus haut le volume V de liquide à analyser, vin ou moût, indiqué ci-dessus; alcaliniser par un léger excès de lait de chaux 4N et ajouter le volume d'eau prescrit. Recueillir le distillat dans un ballon jaugé de volume égal à celui qui est indiqué dans la dernière colonne du tableau ci-dessus. Porter au trait de jauge avec de l'eau distillée.

On peut aussi bien diluer le distillat, obtenu dans l'une des techniques ci-dessus en portant 50, 25 ou 20 ml de ce distillat à 100, 200 ou 250 ml.

2. *Oxydation:* Dans un flacon bouché à l'émeri de 250 ml dont le goulot est terminé par une partie évasée, ce qui permet de rincer goulot et bouchon sans pertes, placer 20 ml de solution titrée de bichromate de potassium, 20 ml d'acide sulfurique au demi en volume, et agiter. Ajouter 10 ml de distillat, exactement mesurés. Boucher le flacon en mouillant le bouchon avec une goutte d'acide sulfurique pur, agiter et attendre *trente minutes au moins*, en agitant de temps en temps.

3. *Titrage:* Titrer l'excès de bichromate en y versant la solution de sulfate de fer et d'ammonium à l'aide d'une burette graduée. Lorsque la coloration verte de la solution vire au vert-bleu, ajouter 4 gouttes de réactif à l'ortho-phénanthroline. Arrêter l'addition de solution ferreuse lorsque le milieu passe du bleu-vert au marron.

   Comme on dépasse souvent légèrement le virage, il faut revenir au virage précis par une solution de permanganate de potassium à 1,083 g/l. Le dixième du volume employé de cette solution est retranché du volume de la solution de sulfate ferreux, soit n cette différence.

   Faire la même opération avec un flacon semblable dans lequel on aura placé les mêmes quantités des mêmes réactifs, mais les 10 ml de distillat y seront remplacés par 10 ml d'eau pure. Soit n′ le volume de solution ferreuse employée.

Calculs

n′ ml de solution ferreuse réduisent 20 ml de solution de bichromate qui oxydent 200 mm³ d'alcool pur, ou 0,2 ml. Un millilitre de solution ferreuse a même pouvoir réducteur que: $\frac{0,2}{n'}$ ml d'alcool

n′ — n ml de solution ferreuse ont même pouvoir réducteur que: $0,2\ \frac{n' - n}{n'}$ ml d'alcool, qui sont contenus dans les 10 ml de distillat qui contiennent eux-mêmes l'alcool de 10 % du volume V de liquide prélevé, si le distillat a été porté 100 ml.

Donc $0,2\ \frac{n' - n}{n'}$ ml d'alcool sont contenus dans $\frac{V}{10}$ ml de liquide.

Le titre alcoométrique de ce liquide est:

$$\frac{200}{V}\ \frac{(n' - n)}{n'}$$

Lorsque le distillat a été reçu dans un ballon de 200 ou 250 ml cette formule devient:

$$\frac{400\ (n' - n)}{V\quad n'} \text{ ou } \frac{500\ (n' - n)}{V\quad n'}$$

Remarques

1. Les pipettes de 10 et de 20 ml ainsi que la burette utilisées pour ce dosage doivent être contrôlées et reconnues exactes à moins de 1‰ près.

2. Le dosage de l'acide acétique formé permet de contrôler la détermination chromométrique de l'alcool et de vérifier la nature de cet alcool. L'alcool méthylique en particulier est oxydé en gaz carbonique et eau dans les conditions où l'alcool éthylique est transformé en acide acétique; mais il faut porter à douze heures au moins la durée de l'oxydation alors qu'elle est terminée en trente minutes pour l'alcool éthylique (1).

   Il est remarquer qu'un millilitre de $K_2Cr_2O_7$ à 33,600 g/l oxyde 3,6596 mg de méthanol.

   Pour doser l'acide acétique, entraîner cet acide par la vapeur d'eau en recueillant un distil'at dont le volume doit être égal au moins à dix fois le volume de la solution dans laquelle on a fait le titrage chromométrique et à laquelle on aura ajouté un petit excès de sulfate ferreux.

   Un millilitre NaOH 0,1N correspond à 4,607 mg d'alcool éthylique.

   Un millilitre $K_2Cr_2O_7$ à 33,600 correspond donc à 1,71 ml de NaOH 0,1N.

(1) Dans les conditions ci-dessus indiquées l'acide acétique formé résiste indéfiniment au mélange chromique, la prolongation de la durée de l'oxydation ne change donc pas la relation stœchiométrique entre l'éthanol et le bichromate.

2.4. MÉTHODES USUELLES

POUR LES VINS ET LES MOÛTS

PREMIÈRE MÉTHODE USUELLE

Aérométrie

Appareils

1. Appareil de distillation: Il est semblable à celui décrit pour la méthode de référence.

   Comme pour la méthode de référence, on peut utiliser tout autre modèle d'appareil, en particulier employer l'entraînement par la vapeur d'eau pour distiller l'alcool, ce qui permet d'accélérer cette opération à la condition que l'appareil et la technique remplissent les conditions qui ont été indiquées pour cette méthode de référence (voir page 16).

2. Alcoomètre: L'alcoomètre utilisé doit répondre aux prescriptions de la directive 76/765/CEE du Conseil, du 27 juillet 1976, relative aux alcoomètres et aéromètres pour alcool.

   Ces appareils doivent être contrôlés par un service d'État.

   Utiliser un thermomètre gradué en degrés et dixièmes de degré de 0 à 30 °C, vérifié au vingtième de degré près.

   L'éprouvette sera constituée par un tube cylindrique de 36 mm de diamètre et de 320 mm de hauteur, tenu verticalement sur un plateau à vis calantes. Le diamètre intérieur de l'éprouvette doit de toutes façons dépasser de 6 mm au moins le diamètre de la carène de l'alcoomètre.

Mode opératoire

1. Distillation: Les vins jeunes ou mousseux seront préalablement débarrassés de la plus grande quantité de leur gaz carbonique par agitation de 260 ml de vins dans un flacon de 500 ml préalablement siliconé intérieurement.

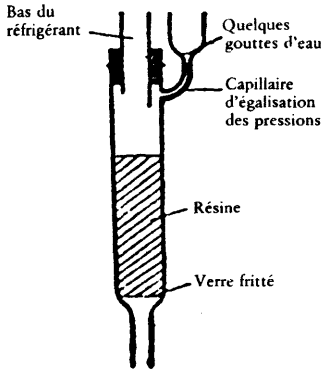
   Dans le ballon de distillation, placer 250 ml de vin mesurés dans un ballon jaugé, dont le col a 12 mm de diamètre intérieur au maximum. Rincer le ballon avec 5 ml d'eau, à quatre reprises; ajouter 10 ml d'un lait de chaux à 120 g de CaO par litre. La matière colorante du vin doit avoir viré par l'alcalinité. Dans le cas des vins très acides, piqués, etc., ajouter de la chaux jusqu'à l'alcalinisation franche à la phénolphtaléine, observée par touches externes. Ajouter quelques fragments de matière poreuse inerte et une goutte de solution aqueuse diluée à 1 % de silicone soluble dans l'eau, si nécessaire, pour éviter la mousse. Recueillir le destillat dans le même ballon que celui qui a servi à la mesure du vin, et où on a placé 10 ml d'eau distillée. On doit distiller au moins 200 ml.

   Agiter et porter au trait de jauge à la même température qu'initialement (à 5° près).

   Note:

   On peut éviter l'alcalinisation du vin en plaçant à la sortie du réfrigérant une allonge contenant 10 g de résine échangeuse d'anions fortement basique, sous forme hydroxyde, longuement rincée à l'eau distillée. Une plaquette de verre fritté soudée à l'allonge retient la résine et empêche le passage des plus fines particules. La grosseur des grains est de 50 à 100 mesh. Cette résine retient l'acide acétique, l'anhydride sulfureux libre et combiné, l'anhydride carbonique distillés.

   Dix grammes de résine sont efficaces pour 30 distillations dans le cas de vins normaux. La régénération se fera à la soude caustique à 5 % et 6 lavages à l'eau distillée (voir dessin ci-dessus).



2. *Mesure de la densité du distillat:* Placer le distillat dans une éprouvette cylindrique de 36 mm de diamètre intérieur et de 320 mm de hauteur. Tenir cette éprouvette bien verticalement. Introduire le thermomètre et l'alcoomètre. La lecture du thermomètre est faite une minute après avoir agité pour réaliser l'égalité de température de l'éprouvette, du thermomètre, de l'alcoomètre et du distillat. Le thermomètre est retiré et on lit le degré alcoolique apparent après une minute de repos. On devra faire au moins trois lectures en s'aidant d'une loupe. Le degré apparent mesuré à t ° sera corrigé de l'action de la température par la table ci-jointe.

   Il faut que la température du liquide soit peu différente de la température ambiante (5 °C de différence au plus). Dans le cas contraire, utiliser une éprouvette à doubles parois entre lesquelles un vide profond aura été fait.

TITRE ALCOOMÉTRIQUE INTERNATIONAL À 20 °C

Table de corrections à effectuer sur le titre alcoométrique apparent pour corriger l'action de la température

Ajouter ou retrancher au titre alcoométrique apparent à t° (alcoomètre en verre ordinaire) la correction indiquée ci-dessous

Températures			Titres alcoométriques apparents à t °C															
			0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
	0°		0,76	0,77	0,82	0,87	0,95	1,04	1,16	1,31	1,49	1,70	1,95	2,26	2,62	3,03	3,49	4,02	4,56
	1°		0,81	0,83	0,87	0,92	1,00	1,09	1,20	1,36	1,52	1,73	1,97	2,26	2,59	2,97	3,40	3,87	4,36
	2°		0,85	0,87	0,92	0,97	1,04	1,13	1,24	1,38	1,54	1,74	1,97	2,24	2,54	2,89	3,29	3,72	4,17
	3°		0,88	0,91	0,95	1,00	1,07	1,15	1,26	1,39	1,55	1,73	1,95	2,20	2,48	2,80	3,16	3,55	3,95
	4°		0,90	0,92	0,97	1,02	1,09	1,17	1,27	1,40	1,55	1,72	1,92	2,15	2,41	2,71	3,03	3,38	3,75
	5°		0,91	0,93	0,98	1,03	1,10	1,17	1,27	1,39	1,53	1,69	1,87	2,08	2,33	2,60	2,89	3,21	3,54
	6°		0,92	0,94	0,98	1,02	1,09	1,16	1,25	1,37	1,50	1,65	1,82	2,01	2,23	2,47	2,74	3,02	3,32
	7°		0,91	0,93	0,97	1,01	1,07	1,14	1,23	1,33	1,45	1,59	1,75	1,92	2,12	2,34	2,58	2,83	3,10
	8°		0,89	0,91	0,94	0,98	1,04	1,11	1,19	1,28	1,39	1,52	1,66	1,82	2,00	2,20	2,42	2,65	2,88
	9°		0,86	0,88	0,91	0,95	1,01	1,07	1,14	1,23	1,33	1,44	1,57	1,71	1,87	2,05	2,24	2,44	2,65
	10°		0,82	0,84	0,87	0,91	0,96	1,01	1,08	1,16	1,25	1,35	1,47	1,60	1,74	1,89	2,06	2,24	2,43
	11°		0,78	0,79	0,82	0,86	0,90	0,95	1,01	1,08	1,16	1,25	1,36	1,47	1,60	1,73	1,88	2,03	2,20
	12°		0,72	0,74	0,76	0,79	0,83	0,88	0,93	0,99	1,07	1,15	1,24	1,34	1,44	1,56	1,69	1,82	1,96
	13°		0,66	0,67	0,69	0,72	0,76	0,80	0,84	0,90	0,96	1,03	1,11	1,19	1,28	1,38	1,49	1,61	1,73
	14°		0,59	0,60	0,62	0,64	0,67	0,71	0,74	0,79	0,85	0,91	0,97	1,04	1,12	1,20	1,29	1,39	1,49
	15°		0,51	0,52	0,53	0,55	0,58	0,61	0,64	0,68	0,73	0,77	0,83	0,89	0,95	1,02	1,09	1,16	1,24
	16°		0,42	0,43	0,44	0,46	0,48	0,50	0,53	0,56	0,60	0,63	0,67	0,72	0,77	0,82	0,88	0,94	1,00
	17°		0,33	0,33	0,34	0,35	0,37	0,39	0,41	0,43	0,46	0,48	0,51	0,55	0,59	0,62	0,67	0,71	0,75
	18°		0,23	0,23	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,29	0,31	0,33	0,35	0,37	0,40	0,42	0,45	0,48	0,51
	19°		0,12	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,14	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,23	0,24	0,25
	21°			0,13	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,19	0,20	0,22	0,23	0,25	0,26
	22°			0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,31	0,32	0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,44	0,47	0,49	0,52
	23°			0,40	0,41	0,42	0,44	0,45	0,47	0,49	0,51	0,54	0,57	0,60	0,63	0,66	0,70	0,74	0,78
	24°			0,55	0,56	0,58	0,60	0,62	0,64	0,67	0,70	0,73	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94	0,99	1,04
	25°			0,69	0,71	0,73	0,76	0,79	0,82	0,85	0,89	0,93	0,97	1,02	1,07	1,13	1,19	1,25	1,31
	26°			0,85	0,87	0,90	0,93	0,96	1,00	1,04	1,08	1,13	1,18	1,24	1,30	1,36	1,43	1,50	1,57
	27°				1,03	1,07	1,11	1,15	1,19	1,23	1,28	1,34	1,40	1,46	1,53	1,60	1,68	1,76	1,84
	28°				1,21	1,25	1,29	1,33	1,38	1,43	1,49	1,55	1,62	1,69	1,77	1,85	1,93	2,02	2,11
	29°				1,39	1,43	1,47	1,52	1,58	1,63	1,70	1,76	1,84	1,92	2,01	2,10	2,19	2,29	2,39
	30°				1,57	1,61	1,66	1,72	1,78	1,84	1,91	1,98	2,07	2,15	2,25	2,35	2,45	2,56	2,67
	31°				1,75	1,80	1,86	1,92	1,98	2,05	2,13	2,21	2,30	2,39	2,49	2,60	2,71	2,83	2,94
	32°				1,94	2,00	2,06	2,13	2,20	2,27	2,35	2,44	2,53	2,63	2,74	2,86	2,97	3,09	3,22
	33°					2,20	2,27	2,34	2,42	2,50	2,58	2,67	2,77	2,88	2,99	3,12	3,24	3,37	3,51
	34°					2,41	2,48	2,56	2,64	2,72	2,81	2,91	3,02	3,13	3,25	3,38	3,51	3,65	3,79
	35°					2,62	2,70	2,78	2,86	2,95	3,05	3,16	3,27	3,39	3,51	3,64	3,78	3,93	4,08
	36°					2,83	2,91	3,00	3,09	3,19	3,29	3,41	3,53	3,65	3,78	3,91	4,05	4,21	4,37
	37°						3,13	3,23	3,33	3,43	3,54	3,65	3,78	3,91	4,04	4,18	4,33	4,49	4,65
	38°						3,36	3,47	3,57	3,68	3,79	3,91	4,03	4,17	4,31	4,46	4,61	4,77	4,94
	39°						3,59	3,70	3,81	3,93	4,05	4,17	4,30	4,44	4,58	4,74	4,90	5,06	5,23
	40°						3,82	3,94	4,06	4,18	4,31	4,44	4,57	4,71	4,86	5,02	5,19	5,36	5,53

Températures — ajouter

Températures — retrancher

TITRE ALCOOMÉTRIQUE INTERNATIONAL À 20 °C

Table de corrections à effectuer sur le titre alcoométrique apparent pour corriger l'action de la température

Ajouter ou retrancher au titre alcoométrique apparent à t° (alcoomètre en verre ordinaire) la correction indiquée ci-dessous

Températures			Titres alcoométriques apparents a t °C															
			14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
	0°		3,49	4,02	4,56	5,11	5,65	6,16	6,63	7,05	7,39	7,67	7,91	8,07	8,20	8,30	8,36	8,39	8,40
	1°		3,40	3,87	4,36	4,86	5,35	5,82	6,26	6,64	6,96	7,23	7,45	7,62	7,75	7,85	7,91	7,95	7,96
	2°		3,29	3,72	4,17	4,61	5,05	5,49	5,89	6,25	6,55	6,81	7,02	7,18	7,31	7,40	7,47	7,51	7,53
	3°		3,16	3,55	3,95	4,36	4,77	5,17	5,53	5,85	6,14	6,39	6,59	6,74	6,86	6,97	7,03	7,07	7,09
	4°		3,03	3,38	3,75	4,11	4,48	4,84	5,17	5,48	5,74	5,97	6,16	6,31	6,43	6,53	6,59	6,63	6,66
	5°		2,89	3,21	3,54	3,86	4,20	4,52	4,83	5,11	5,35	5,56	5,74	5,89	6,00	6,10	6,16	6,20	6,23
	6°		2,74	3,02	3,32	3,61	3,91	4,21	4,49	4,74	4,96	5,16	5,33	5,47	5,58	5,67	5,73	5,77	5,80
	7°		2,58	2,83	3,10	3,36	3,63	3,90	4,15	4,38	4,58	4,77	4,92	5,05	5,15	5,24	5,30	5,34	5,37
	8°		2,42	2,65	2,88	3,11	3,35	3,59	3,81	4,02	4,21	4,38	4,52	4,64	4,74	4,81	4,87	4,92	4,95
	9°		2,24	2,44	2,65	2,86	3,07	3,28	3,48	3,67	3,84	3,99	4,12	4,23	4,32	4,39	4,45	4,50	4,53
	10°	ajouter	2,06	2,24	2,43	2,61	2,80	2,98	3,16	3,33	3,48	3,61	3,73	3,83	3,91	3,98	4,03	4,08	4,11
	11°		1,88	2,03	2,20	2,36	2,52	2,68	2,83	2,98	3,12	3,24	3,34	3,43	3,50	3,57	3,62	3,66	3,69
	12°		1,69	1,82	1,96	2,10	2,24	2,38	2,51	2,64	2,76	2,87	2,96	3,04	3,10	3,16	3,21	3,25	3,27
	13°		1,49	1,61	1,73	1,84	1,96	2,08	2,20	2,31	2,41	2,50	2,58	2,65	2,71	2,76	2,80	2,83	2,85
	14°		1,29	1,39	1,49	1,58	1,68	1,78	1,88	1,97	2,06	2,13	2,20	2,26	2,31	2,36	2,39	2,42	2,44
	15°		1,09	1,16	1,24	1,32	1,40	1,48	1,56	1,64	1,71	1,77	1,83	1,88	1,92	1,96	1,98	2,01	2,03
	16°		0,88	0,94	1,00	1,06	1,12	1,19	1,25	1,31	1,36	1,41	1,46	1,50	1,53	1,56	1,58	1,60	1,62
	17°		0,67	0,71	0,75	0,80	0,84	0,89	0,94	0,98	1,02	1,05	1,09	1,12	1,14	1,17	1,18	1,20	1,21
	18°		0,45	0,48	0,51	0,53	0,56	0,59	0,62	0,65	0,68	0,70	0,72	0,74	0,76	0,78	0,79	0,80	0,81
	19°		0,23	0,24	0,25	0,27	0,28	0,30	0,31	0,33	0,34	0,35	0,36	0,37	0,38	0,39	0,40	0,40	0,41
	21°		0,23	0,25	0,26	0,28	0,29	0,30	0,31	0,33	0,34	0,35	0,35	0,37	0,38	0,38	0,39	0,39	0,40
	22°		0,47	0,49	0,52	0,55	0,57	0,60	0,62	0,65	0,67	0,70	0,72	0,74	0,75	0,76	0,78	0,79	0,80
	23°		0,70	0,74	0,78	0,82	0,86	0,90	0,93	0,97	1,01	1,04	1,07	1,10	1,12	1,15	1,17	1,18	1,19
	24°		0,94	0,99	1,04	1,10	1,15	1,20	1,25	1,29	1,34	1,39	1,43	1,46	1,50	1,53	1,55	1,57	1,59
	25°		1,19	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,56	1,62	1,68	1,73	1,78	1,83	1,87	1,90	1,94	1,97	1,99
	26°		1,43	1,50	1,57	1,65	1,73	1,80	1,87	1,94	2,01	2,07	2,13	2,19	2,24	2,28	2,32	2,35	2,38
	27°		1,68	1,76	1,84	1,93	2,01	2,10	2,18	2,26	2,34	2,41	2,48	2,55	2,61	2,66	2,70	2,74	2,77
	28°		1,93	2,02	2,11	2,21	2,31	2,40	2,49	2,58	2,67	2,76	2,83	2,90	2,98	3,03	3,08	3,13	3,17
	29°		2,19	2,29	2,39	2,50	2,60	2,70	2,81	2,91	3,00	3,09	3,18	3,26	3,34	3,40	3,46	3,51	3,55
	30°	retran cher	2,45	2,56	2,67	2,78	2,90	3,01	3,12	3,23	3,34	3,44	3,53	3,62	3,70	3,77	3,84	3,90	3,95
	31°		2,71	2,83	2,94	3,07	3,19	3,31	3,43	3,55	3,67	3,78	3,88	3,98	4,07	4,15	4,22	4,28	4,33
	32°		2,97	3,09	3,22	3,36	3,49	3,62	3,74	3,87	4,00	4,11	4,22	4,33	4,43	4,51	4,59	4,66	4,72
	33°		3,24	3,37	3,51	3,65	3,79	3,92	4,06	4,20	4,33	4,45	4,57	4,68	4,79	4,88	4,97	5,04	5,10
	34°		3,51	3,65	3,79	3,94	4,09	4,23	4,37	4,52	4,66	4,79	4,91	5,03	5,15	5,25	5,34	5,42	5,49
	35°		3,78	3,93	4,08	4,23	4,38	4,53	4,69	4,84	4,98	5,12	5,26	5,38	5,50	5,61	5,71	5,80	5,87
	36°		4,05	4,21	4,37	4,52	4,68	4,84	5,00	5,16	5,31	5,46	5,60	5,73	5,86	5,97	6,08	6,17	6,25
	37°		4,33	4,49	4,65	4,82	4,98	5,15	5,31	5,48	5,64	5,80	5,95	6,09	6,22	6,33	6,44	6,54	6,63
	38°		4,61	4,77	4,94	5,12	5,29	5,46	5,63	5,80	5,97	6,13	6,29	6,43	6,57	6,69	6,81	6,92	7,01
	39°		4,90	5,06	5,23	5,41	5,59	5,77	5,94	6,12	6,30	6,47	6,63	6,78	6,93	7,06	7,18	7,29	7,39
	40°		5,19	5,36	5,53	5,71	5,90	6,08	6,26	6,44	6,62	6,80	6,97	7,13	7,28	7,41	7,54	7,66	7,76

DEUXIÈME MÉTHODE USUELLE

Densimétrie par la balance hydrostatique

L'appareil de distillation et le mode opératoire relatifs à l'exécution de celle-ci sont les mêmes que pour la première méthode usuelle.

L'appareil, le tarage du flotteur, le mode opératoire ont été décrits à propos de la mesure de la masse volumique, mais la mesure de la masse volumique du distillat doit être plus précise que celle du vin. Elle doit être obtenue à $5 \cdot 10^{-5}$ près ou moins. Pour atteindre ce résultat il convient d'employer un flotteur de 50 ml au moins et de prendre toutes les précautions nécessaires pour éviter toute évaporation de l'alcool et pour connaître la température t° du distillat à un dixième de degré Celsius au moins.

Les formules pour le calcul ont également été indiquées plus haut.

Connaissant p_t à t °C, on déterminera le titre alccométrique à l'aide d'une des tables des masses volumiques que l'on choisira suivant la nature du verre constituant le flotteur, en suivant le même procédé d'interpolation que pour la méthode de référence.

2.5. COMPLÉMENT À LA MÉTHODE DE RÉFÉRENCE POUR LA MESURE DE LA MASSE VOLUMIQUE DU DISTILLAT

PYCNOMÉTRIE SUR BALANCE MONOPLATEAU

Principe

Le principe de la technique de détermination de la masse volumique du distillat est donné dans le chapitre « densité relative $\frac{20}{20}$ ».

Exemple numérique

Les constantes du pycnomètre ont été déterminées et calculées au chapitre « densité relative $\frac{20}{20}$ ».

Calculs

1. Pesée du pycnomètre plein de distillat:

Poids du flacon au moment de la détermination:	$T_1 = 171{,}9178$
Pycnomètre plein de distillat à 20,50 °C:	$P_2 = 167{,}8438$
Variation de la poussée de l'air:	$dT = 171{,}9178 - 171{,}9160 = + 0{,}0018$
Masse du distillat à 20,50 °C:	$L_t = 167{,}8438 - (67{,}6695 + 0{,}0018) = 100{,}1725$
Masse volumique apparente du distillat:	$\varrho\ 20{,}50\ °C = \frac{100{,}1725}{100{,}8194} = 0{,}983825$

2. Calcul du titre alcoométrique:

Se reporter à la table des masses volumiques apparentes des mélanges hydro-alcooliques à différentes températures, comme il est indiqué plus haut.

Sur la ligne 20 °C de la table des masses volumiques apparentes, la plus petite masse supérieure à la masse observée 0,983825 est 0,98471 dans la colonne 10 % vol.

La masse volumique à 20 °C est:
$(98382{,}5 + 0{,}50 \cdot 24)\ 10^{-5} = 0{,}983945$
$0{,}98471 - 0{,}983945 = 0{,}000765$

La partie décimale du titre alcoolique est:
$76{,}5/119 = 0{,}64$

Le titre alcoométrique est 10,64 % vol.

3. EXTRAIT SEC TOTAL

Matières sèches totales

3.1. DÉFINITION

L'extrait sec total ou *matières sèches totales* est l'ensemble de toutes les substances qui, dans des conditions physiques déterminées, ne se volatilisent pas. Ces conditions physiques doivent être fixées de telle manière que les substances composant cet extrait subissent le minimum d'altération.

L'extrait non réducteur est l'extrait sec total diminué des sucres totaux.

L'extrait réduit est l'extrait sec total diminué des sucres totaux excédant 1 g/l, du sulfate de potassium excédant 1 g/l, du mannitol s'il y en a, et de toutes les substances chimiques éventuellement ajoutées au vin.

Le reste d'extrait est l'extrait non réducteur diminué de l'acidité fixe, exprimée en acide tartrique.

L'extrait est exprimé en grammes par litre et il doit être déterminé à 0,5 g près.

3.2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Méthode unique: méthode densimétrique

L'extrait sec total est calculé indirectement d'après la valeur de la densité du résidu sans alcool, ou vin dont l'alcool a été retiré et qui a été ramené au volume initial avec de l'eau.

Cet extrait sec est exprimé par la quantité de saccharose qui, dissoute dans une quantité d'eau suffisante pour avoir un litre, donne une solution de même densité que le résidu sans alcool. Cette quantité est donnée par la table I.

Méthode de calcul

La densité ${}^{20}_{20}d_r$ du « résidu sans alcool » est calculée par la formule de Tabarié:

$$d_r = d_v - d_a + 1{,}000$$

où d_v = densité du vin à 20 ° par rapport à l'eau à 20 ° (corrigée de l'acidité volatile) (1);

d_a = densité à 20 ° du mélange hydroalcoolique de même degré alcoolique que le vin, rapportée à l'eau à 20 °.

On peut également calculer d_r à partir des masses volumiques à 20 °C, ϱ_v du vin et ϱ_a du mélange hydroalcoolique de même degré par la formule:

$$d_r = 1{,}0018\ (\varrho_v - \varrho_a) + 1{,}000$$

où le coefficient 1,0018 peut pratiquement être assimilé à 1 lorsque ϱ_v est inférieur à 1,05, ce qui est le cas le plus fréquent.

La table I sera employée pour calculer l'extrait sec d'après la densité d_r.

Dans le cas des moûts, l'extrait sec total sera calculé d'après la densité relative d^{20}_{20} à l'aide de cette même table.

(1) Avant de faire ce calcul, la densité (ou la masse volumique) du vin mesurée comme il est indiqué plus haut doit être corrigée de l'action de l'acidité volatile suivant la formule:

$d_v = d^{20}_{20} - 0{,}0000086\ a$ ou $\varrho_v = \varrho_{20} - 0{,}0000086\ a$

a étant la quantité d'acidité volatile en milliéquivalents par litre.

TABLE I

pour le calcul de la teneur en extrait

(g/l)

Densité avec 2 décimales	Troisième décimale de la densité									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Grammes d'extrait par litre									
1,00	0	2,6	5,1	7,7	10,3	12,9	15,4	18,0	20,6	23,2
1,01	25,8	28,4	31,0	33,6	36,2	38,8	41,3	43,9	46,5	49,1
1,02	51,7	54,3	56,9	59,5	62,1	64,7	67,3	69,9	72,5	75,1
1,03	77,7	80,3	82,9	85,5	88,1	90,7	93,3	95,9	98,5	101,1
1,04	103,7	106,3	109,0	111,6	114,2	116,8	119,4	122,0	124,6	127,2
1,05	129,8	132,4	135,0	137,6	140,3	142,9	145,5	148,1	150,7	153,3
1,06	155,9	158,6	161,2	163,8	166,4	169,0	171,6	174,3	176,9	179,5
1,07	182,1	184,8	187,4	190,0	192,6	195,2	197,8	200,5	203,1	205,8
1,08	208,4	211,0	213,6	216,2	218,9	221,5	224,1	226,8	229,4	232,0
1,09	234,7	237,3	239,9	242,5	245,2	247,8	250,4	253,1	255,7	258,4
1,10	261,0	263,6	266,3	268,9	271,5	274,2	276,8	279,5	282,1	284,8
1,11	287,4	290,0	292,7	295,3	298,0	300,6	303,3	305,9	308,6	311,2
1,12	313,9	316,5	319,2	321,8	324,5	327,1	329,8	332,4	335,1	337,8
1,13	340,4	343,0	345,7	348,3	351,0	353,7	356,3	359,0	361,6	364,3
1,14	366,9	369,6	372,3	375,0	377,6	380,3	382,9	385,6	388,3	390,9
1,15	393,6	396,2	398,9	401,6	404,3	406,9	409,6	412,3	415,0	417,6
1,16	420,3	423,0	425,7	428,3	431,0	433,7	436,4	439,0	441,7	444,4
1,17	447,1	449,8	452,4	455,2	457,8	460,5	463,2	465,9	468,6	471,3
1,18	473,9	476,6	479,3	482,0	484,7	487,4	490,1	492,8	495,5	498,2
1,19	500,9	503,5	506,2	508,9	511,6	514,3	517,0	519,7	522,4	525,1
1,20	527,8	530,5	533,3	536,0	538,7	541,4	544,1	546,8	549,6	552,3
1,21	555,0	557,7	560,4	563,1	565,8	568,5	571,2	573,9	576,6	579,3
1,22	582,0	584,8	587,5	590,2	593,0	595,7	598,4	601,1	603,9	606,6
1,13	609,3	612,1	614,8	617,5	620,3	623,0	625,7	628,4	631,2	633,9
1,24	636,6	639,4	642,1	644,9	647,6	650,3	653,1	655,8	658,6	661,3
1,25	664,0	666,8	669,5	672,3	675,0	677,7	680,5	683,2	686,0	688,7
1,26	691,4	694,2	697,0	699,8	702,5	705,3	708,1	710,8	713,6	716,4
1,27	719,1	721,9	724,7	727,4	730,2	732,9	735,7	738,5	741,2	744,0
1,28	746,7	749,5	752,3	755,1	757,8	760,6	763,4	766,1	768,9	771,7
1,29	774,4	777,2	780,0	782,8	785,6	788,3	791,1	793,9	796,7	799,5
1,30	802,3	805,0	807,8	810,6	813,4	816,2	819,0	821,8	824,6	827,4
1,31	830,2	833,1	835,9	838,7	841,5	844,3	847,1	849,9	852,7	855,5
1,32	858,3	861,2	864,0	866,8	869,6	872,4	875,3	878,1	880,9	883,7
1,33	886,5	889,4	892,2	895,0	897,9	900,7	903,5	906,4	909,2	912,0
1,34	914,8	917,7	920,5	923,3	926,2	929,0	931,8	934,7	937,5	940,3
1,35	943,1	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Table intercalaire

Quatrième décimale de la densité	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Grammes d'extait par litre	0,26	0,52	0,78	1,04	1,30	1,56	1,82	2,08	2,34

4. SUCRES RÉDUCTEURS

4.1. DÉFINITION

Les sucres réducteurs, constitués par l'ensemble des sucres à fonction cétonique et aldéhydique, sont dosés par leur action réductrice sur la solution cuproalcaline.

Leur détermination comporte deux opérations successives: la défécation, et le dosage proprement dit.

4.2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE UNIQUE

a) *Défécation*

La défécation s'effectue:

— pour les vins rouges: par l'acétate basique de plomb,

— pour les autres produits: par le ferrocyanure de zinc.

b) *Dosage*

Après avoir fait réagir le vin déféqué sur une quantité déterminée de liquide cupro-alcaline, l'excès d'ion cuivrique est dosé par jodométrie.

4.3. DÉFÉCATION

Avant tout dosage, il est nécessaire d'enlever du vin les substances réductrices autres que les sucres par les méthodes suivantes:

a) **pour les vins rouges:**

— défécation par l'acétate basique de plomb;

Solutions

Solution d'acétate basique de plomb:

acétate neutre de plomb	300 g,
oxyde de plomb	100 g,
eau distillée	700 g.

Laisser en contact pendant plusieurs jours en agitant de temps en temps. Filtrer. La solution obtenue doit avoir une densité de 1,32.

Mode opératoire

50 ml de vin sont placés dans un ballon jaugé de 100 ml; ajouter (n — 0,5) ml de solution normale d'hydroxyde de sodium, n étant le volume de solution 0,1 N utilisé pour doser l'acidité totale de 5 ml de vin. Ajouter 2,5 ml de solution décinormale d'acide acétique et, en agitant, 2,5 ml de solution d'acétate basique de plomb. Laisser en contact quinze minutes. Ajouter 5 ml d'une solution de phosphate disodique à 7,6 % ; agiter; ajouter de l'eau distillée sans amener au trait de jauge; attendre quinze minutes. Porter au trait de jauge. Filtrer.

Un millilitre de filtrat correspond à 0,5 ml de vin;

b) **pour les autres produits:**

— défécation par le ferrocyanure de zinc.

Solution

Solution de ferrocyanure de potassium I:

ferrocyanure de potassium	150 g,
eau q.s.p.	1 000 ml;

Solution de sulfate de zinc II:

sulfate de zinc	300 g,
eau q.s.p.	1 000 ml.

Mode opératoire

Dans un ballon jaugé de 100 ml, placer un volume de vin (ou de moût, ou de mistelle) ainsi défini:

Premier cas:	Moûts et mistelles: diluer à 10% de liquide à analyser; prélever 10 ml de cette dilution.
Deuxième cas:	Vins doux, spiritueux ou non, dont la masse volumique est comprise entre 1,005 et 1,038. Prélever 20 ml de liquide à analyser préalablement dilué à 20%.
Troisième cas:	Vins moelleux dont la masse volumique est comprise entre 0,997 et 1,006. Prélever 20 ml de vin non dilué.
Quatrième cas:	Vins secs. Prélever 50 ml de vin non dilué. Ajouter 5 ml de solution I de ferrocyanure de potassium et 5 ml de solution II de sulfate de zinc. Mélanger. Porter au trait de jauge. Attendre dix minutes, filtrer.
Premier cas:	1 ml de filtrat correspond à 0,01 ml de moût ou de mistelle.
Deuxième cas:	1 ml de filtrat correspond à 0,04 ml de vin doux.
Troisième cas:	1 ml de filtrat correspond à 0,20 ml de vin moelleux.
Quatrième cas:	1 ml de filtrat correspond à 0,50 ml de vin sec.

4.4. DOSAGE DES SUCRES

Solution titrée de sucre interverti servant de référence

Tout chimiste doit vérifier sa technique à l'aide d'une solution titrée du sucre interverti. Cette solution sera préparée par la méthode suivante:

Solution de sucre interverti à 10 g/l.

Dans un ballon jaugé d'un litre, on place:

saccharose pur et sec	9,50 g,
eau, environ	100 ml,
acide chlorhydrique pur (d = 1,18 — 1,19)	5 ml.

Après sept jours à 10—15 ° ou trois jours à 20—25 °, le sucre est hydrolysé; porter alors à 1 000 ml à 20 °. Cette solution acide se conserve bien durant un mois. Pour l'emploi et peu de temps avant, neutraliser la majeure partie de l'acide libre par de la soude (cette solution est approximativement 0,06 N acide).

Note:

On peut obtenir rapidement cette solution de sucre interverti en préparant la solution de sucre acidifiée dans un petit ballon de 200 ml, et en le plongeant dans un bain-marie de 60 ° pendant un temps suffisant pour que la température de la solution atteigne 50 °, température que l'on maintient durant quinze minutes. On abandonne ensuite le ballon au refroidissement spontané durant une demi-heure; on refroidit par immersion dans un bain d'eau froide. On transvase dans un ballon jaugé de 1 l, on porte au litre à 20 °.

Pour l'essai de la technique choisie, on effectuera le dosage du sucre interverti sur plusieurs dilutions couvrant tout le domaine des concentrations où elle est utilisable.

DOSAGE DE L'EXCÈS D'ION CUIVRIQUE PAR IODOMÉTRIE

La quantité de cuivre précipitée par action de la liqueur de défécation sur la liqueur cupro-alcaline est déterminée par iodemétrie.

Solutions

Solution cupro-alcaline

Sulfate de cuivre pur, $CuSO_4, 5H_2O$	25 g,
Acide citrique	50 g,
Carbonate de sodium cristallisé, $10\ H_2O$	388 g,
Eau q.s.p.	1 000 ml.

Dissoudre le sulfate de cuivre dans 100 ml d'eau, l'acide citrique dans 200 ml d'eau et le carbonate de sodium dans 250 ml d'eau chaude. Mélanger la solution d'acide citrique et la solution de carbonate de sodium. Ajouter ensuite la solution de sulfate de cuivre et porter au litre.

Solution d'iodure de potassium à 30 % :

iodure de potassium	30 g,
eau q.s.p.	100 ml.

Conserver en flacon brun.

Acide sulfurique à 25 % :

acide sulfurique pur	25 ml,
eau q.s.p.	100 ml.

Verser l'acide dans l'eau, laisser refroidir et porter à 100 ml.

Empois d'amidon à 5 g/l, contenant 200 g de chlorure de sodium par litre pour assurer sa conservation. Cette solution doit être maintenue dix minutes à l'ébullition au moment de sa préparation.

Thiosulfate de sodium 0,1 N.

Mode opératoire

Dans une fiole conique de 300 ml, placer 25 ml de solution cupro-alcaline et 25 ml de liqueur de défécation. Ce volume de liqueur sucrée ne doit pas contenir plus de 60 mg de sucre interverti.

Ajouter quelques grains de pierre ponce et porter à l'ébullition qui doit être atteinte en deux minutes. Adapter à la fiole un réfrigérant à reflux et maintenir l'ébullition pendant dix minutes exactement.

Refroidir immédiatement sous un courant d'eau froide. Après refroidissement complet, ajouter 10 ml de solution d'iodure de potassium à 30 %, 25 ml d'acide sulfurique à 25 % et 2 ml d'empois d'amidon.

Titrer par la solution 0,1 N de thiosulfate de sodium. Soit n, le nombre de millilitres utilisés.

Par ailleurs effectuer un dosage témoin dans lequel 25 ml d'eau distillée remplacent les 25 ml de liqueur sucrée. Soit n', le volume de thiosulfate employé.

Calculs

La quantité de sucre, exprimée en sucre interverti, contenue dans la prise d'essai, est donnée dans le tableau ci-joint en fonction du nombre n' — n de millilitres de thiosulfate utilisés.

Exprimer la teneur du vin en grammes de sucre interverti par litre en tenant compte des dilutions effectuées au cours de la défécation et du volume de la prise d'essai.

Tableau de correspondance entre le volume de solution 0,1 N de thiosulfate de sodium: (n' — n) ml, et de la quantité de sucres réducteurs en mg

$Na_2S_2O_3$ ml 0,1 N	Sucres réducteurs mg	Diff.	$Na_2S_2O_3$ ml 0,1 N	Sucres réducteurs mg	Diff.
1	2,4	2,4	13	33,0	2,7
2	4,8	2,4	14	35,7	2,8
3	7,2	2,5	15	38,5	2,8
4	9,7	2,5	16	41,3	2,9
5	12,2	2,5	17	44,2	2,9
6	14,7	2,6	18	47,1	2,9
7	17,2	2,6	19	50,0	3,0
8	19,8	2,6	20	53,0	3,0
9	22,4	2,6	21	56,0	3,1
10	25,0	2,6	22	59,1	3,1
11	27,6	2,7	23	62,2	
12	30,3	2,7			

5. SACCHAROSE

5.2. PRINCIPE DES MÉTHODES

a) **Méthode de référence**

aa) pour les recherches qualitatives:

Méthode par chromatographie en couche mince. Le saccharose est identifié dans les moûts et dans les vins après séparation du glucose et du levulose par chromatographie en couche mince sur plaque recouverte de poudre de silice G contenant de l'acétate de sodium. Le révélateur (acide thiobarbiturique et acide trichloracétique) est incorporé au solvant (acétate d'éthyle, isopropanol et eau). Le saccharose, par chauffage en milieu acide, donne naissance à l'hydroxyméthylfurfural qui, réagissant sur l'acide thiobarbiturique, produit une coloration jaune orangé.

bb) pour le dosage après inversion:

Le saccharose est recherché par comparaison des pouvoirs réducteurs avant et après hydrolyse chlorhydrique ménagée de la liqueur obtenue par défécation du vin. Cette liqueur de défécation est préparée selon les procédés décrits au chapitre « sucres réducteurs ».

Le dosage des sucres réducteurs avant et après hydrolyse est effectué par la méthode décrite au chapitre « sucres réducteurs ».

b) **Méthode usuelle**

aa) pour les recherches qualitatives

Méthode colorimétrique. Le vin est déféqué par l'acétate de plomb, la magnésie et le permanganate de potassium à pH 8—9. Sur le défécat, on fait agir à 100 °C la diphénylamine en milieu chlorhydrique et acétique. Le produit de condensation obtenu en présence de saccharose est extrait par le chloroforme qui se colore en bleu.

bb) pour le dosage après inversion: voir sous a) bb).

5.3. 1. RECHERCHE QUALITATIVE

MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

Méthode par chromatographie en couche mince

Matériel:

— Appareillage pour chromatographie en couche mince:
  — étaleur de couche,
  — chassis porte-plaques,
  — cuve à chromatographie,
  — seringue micrométrique ou micropipette;
— Étuve à circulation d'air.

Solutions et réactifs:

— poudre de silice G,

— acétate de sodium en solution 0,02 M. [1],

— solvant avec révélateur incorporé.

Préparer le mélange suivant:

acétate d'éthyle	65 parties,
isopropanol	30 parties,
eau	5 parties.

[1] *Préparation des plaques:* mélanger 30 g de poudre de silice G et 60 ml l'acétate de sodium 0,02 M pour avoir une suspension homogène. L'étaler sur plaques sur une épaisseur de 0,30 mm.

Au moment de l'emploi, ajouter:

0,3 % d'acide 2-thiobarbiturique,

5,0 % d'acide trichloracétique en cristaux.

Solutions de référence:

solution de saccharose à 0,05 g pour 100 ml,

solutions de saccharose et de sucres réducteurs.

Préparer les solutions suivantes:

« A »: solution de saccharose à 0,5 %,

« B »: solution contenant 5 % de glucose et 5 % de fructose.

Dans les fioles jaugées de 10 ml, placer 1 ml de solution « A » et 1, 2, 3, 4, 5 ml de solution « B ». Compléter à 10 ml avec de l'eau distillée. On obtient une série de solutions de référence contenant des pourcentages croissants de sucres réducteurs.

Préparation de l'échantillon

Lorsque le vin est fortement coloré, il est nécessaire de le traiter par un charbon décolorant avant de le déposer sur la plaque.

Obtention du chromatogramme

Les liquides étudiés doivent être déposés sur une ligne de départ située à 2,5 cm du bord de la plaque qui plongera dans le solvant, à 3 cm du bord latéral de la plaque et à 3 cm les uns des autres.

Selon la teneur en sucres réducteurs, on dépose 1 à 5 μl de l'échantillon. Chaque tache ne doit pas contenir plus de 0,25 mg de sucres réducteurs. On dépose également sur la plaque 5 μl des solutions de référence. Pour obtenir des taches de petit diamètre, les solutions doivent être déposées par fractions, à plusieurs reprises, en séchant entre chaque dépôt avec un faible jet d'air froid.

Il est conseillé d'enlever la couche de silice sur une largeur de un demi-centimètre sur les bords latéraux de la plaque, avant de la placer dans la cuve à chromatographie contenant le solvant. L'atmosphère de la cuve doit être bien saturée de solvant.

Laisser le solvant migrer sur une hauteur de 16 cm à partir de la ligne de départ.

La plaque retirée de la cuve est séchée dans un courant d'air puis placée dans l'étuve pendant 15 minutes à 105 °C parallèlement au courant d'air.

En présence de saccharose, apparaît une tache de couleur jaune orangé dont le Rf est identique à celui du saccharose dans les solutions de référence. Le glucose et le fructose donnent une tache de couleur jaune orangé dont le Rf est supérieur à celui de la tache du saccharose.

5.4. MÉTHODE USUELLE

Méthode colorimétrique

Solutions:

— acétate neutre de plomb cristallisé,

— oxyde de magnésium lourd en poudre,

— solution de permanganate de potassium à 2 %,

— chloroforme,

— réactif à la diphénylamine. À 10 ml de solution de diphénylamine à 10 % dans l'alcool éthylique absolu, ajouter 20 ml d'acide acétique glacial et 70 ml d'acide chlorhydrique pur (d_4^{20} : 1,18 à 1,19).

Il est recommandé de vérifier la pureté du réactif: 2 ml de réactif à la diphénylamine, additionnés de 2 ml d'eau distillée sont placés au bain-marie bouillant pendant 5 minutes. La solution refroidie brusquement par immersion dans l'eau froide est extraite par 1 ml de chloroforme. Il ne doit pas présenter de coloration bleue.

Mode opératoire

Dissoudre 100 à 200 mg d'oxyde de magnésium et environ 200 mg d'acétate neutre de plomb dans 10 ml d'eau; porter au bain-marie maintenu à 90—95 °C pendant 3 à 5 minutes. Ajouter 2 ml de vin ou de moût qui doit être limpide et avoir une teneur en sucres totaux inférieure à 1 %.

Diluer l'échantillon si nécessaire pour ramener sa teneur en sucres dans cette limite.

Vérifier que l'acétate de plomb a été ajouté en quantité suffisante mais sans excès, qui diminuerait la sensibilité de la réaction. Au liquide clair surnageant, ajouter goutte à goutte une solution concentrée d'acétate neutre de plomb jusqu'à ce qu'aucun précipité ne se forme plus. Agiter et continuer à maintenir au bain-marie jusqu'à ce que le liquide surnageant soit limpide. Ajouter alors du sulfate de sodium en solution saturée pour éliminer l'excès de plomb.

Ajouter 0,5 ml de la solution de permanganate de potassium et maintenir au bain-marie (90—95 °C) pendant 10 minutes.

Refroidir brusquement par immersion dans l'eau froide; filtrer.

Une coloration jaune peut se développer, elle ne gêne pas la suite de la réaction.

Dans un tube à essai placer 2 ml de filtrat, ajouter 2 ml de réactif à la diphénylamine; maintenir au bain-marie bouillant pendant 5 minutes exactement. Refroidir par immersion dans l'eau froide, ajouter 1 ml de chloroforme et extraire immédiatement la coloration.

Les vins secs, non additionnés de saccharose donnent au plus une coloration gris-bleu très légère; en présence de saccharose, une coloration bleue nette se développe.

Les vins doux, les moûts à maturité et les moûts concentrés donnent, en absence de saccharose, une coloration jaune or, en présence de saccharose, une coloration verte nette.

La réaction est sensible à 0,2 mg de saccharose dans la prise d'essai.

5.5. 2. DOSAGE APRÈS INVERSION

MÉTHODE UNIQUE

Mode opératoire

Prélever dans deux récipients identiques A et B la même prise d'essai de liqueur de défécation, obtenue selon la méthode décrite au chapitre « sucres réducteurs ». Ajouter dans les récipients A et B un volume d'acide chlorhydrique pur à raison de 0,3 ml pour 10 ml de liqueur sucrée. Dans le récipient A ajouter immédiatement le même volume de soude 12 N soit 0,3 ml pour 10 ml de liqueur sucrée et procéder au dosage des sucres réducteurs en suivant le mode opératoire décrit pour la méthode décrite au chapitre « sucres réducteurs ».

Le récipient B, contenant la liqueur sucrée acidifiée, est placé dans un bain-marie bouillant pendant 2 minutes. Laisser spontanément refroidir le récipient pendant 15 minutes. Ajouter alors le même volume de soude 12 N que dans le récipient A et procéder au dosage.

La différence entre les quantités de sucres réducteurs trouvées au cours de ces deux dosages, multipliés par 0,95, donne la teneur en saccharose de la prise d'essai. Exprimer cette teneur en grammes par litre de vin en tenant compte des dilutions effectuées éventuellement au cours de la défécation et du volume de la prise d'essai de liqueur sucrée soumise au dosage.

6. CENDRES

6.1. DÉFINITION

On appelle cendres l'ensemble des produits de l'incinération du résidu d'évaporation du vin, conduite de façon à obtenir la totalité des cations (ammonium exclu) sous forme de carbonates et autres sels minéraux anhydres.

6.2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Incinération de l'extrait du vin conduite entre 500 et 550 °C jusqu'à combustion complète du carbone.

La quantité des cendres sera exprimée en grammes par litre et déterminée à 0,03 g près.

6.3. MÉTHODE UNIQUE

Dans une capsule de platine de 70 mm de diamètre et de 25 mm de hauteur, à fond plat, préalablement tarée sur une balance sensible au dixième de milligramme, placer 20 ml de vin. On évapore avec précaution, de préférence au bain-marie. Chauffer le résidu à une température modérée environ une demi-heure sur une plaque réfractaire ou sous un évaporateur à infrarouge jusqu'à carbonisation. Lorsqu'il n'émet plus de vapeur, placer la capsule dans un four électrique comportant une aération continue, porté à 525 °C ± 25 °. Après 5 minutes de carbonisation complète, retirer la capsule, ajouter 5 ml d'eau que l'on évapore ensuite sur un bain-marie ou sous un évaporateur, et chauffer à nouveau à 525 °C.

Si la combustion des particules carbonées n'est pas terminée en quinze minutes, recommencer la même opération de lavage des particules carbonées, d'évaporation de l'eau et de recalcination.

Pour les vins riches en sucres, il est commode d'ajouter à l'extrait quelques gouttes d'huile végétale pure avant la première calcination pour empêcher le débordement du contenu. On devra porter la durée de la première carbonisation à 15 minutes.

Après refroidissement dans un dessiccateur, la capsule est pesée. Le poids des cendres est multiplié par 50 pour être exprimé en grammes par litre.

7. ALCALINITÉ DES CENDRES

7.1. DÉFINITION

On appelle *alcalinité totale des cendres* la somme des cations, autres que l'ammonium, combinés aux acides organiques du vin.

On appelle *alcalinité partielle des cendres* l'alcalinité due seulement aux carbonates, oxydes et silicates contenus dans ces cendres.

L'alcalinité du gramme de cendres (ou chiffre d'alcalinité) est calculée en divisant l'alcalinité totale exprimée en grammes de carbonate de potassium par le poids des cendres.

7.2. PRINCIPES DES MÉTHODES

a) **Alcalinité totale:**

Titrimétrie par l'acide sulfurique titré en retour après chauffage et en employant le méthylorange comme indicateur;

b) **Alcalinité partielle:**

Titrimétrie par l'acide sulfurique titré en retour en présence d'ions céreux en léger excès et d'un indicateur coloré virant à pH 4,5.

Expression des résultats

L'alcalinité des cendres est exprimée, soit en milliéquivalents par litre et déterminée à 0,5 près, soit en grammes de carbonate de potassium par litre.

7.3. a) ALCALINITÉ TOTALE

MÉTHODE UNIQUE

Mode opératoire

Après la pesée des cendres, leur ajouter 10 ml d'acide sulfurique 0,1 N et porter la capsule sur un bain-marie bouillant pendant un quart d'heure, en frottant à plusieurs reprises le fond de la capsule avec une baguette de verre pour activer la dissolution des parties difficilement solubles. Ajouter ensuite 2 gouttes d'une solution de méthyl-orange à 1 $^{0}/_{00}$ et titrer l'excès d'acide sulfurique par la soude 0,1 N jusqu'à virage au jaune de l'indicateur, soit n ml le volume de soude employé.

Calculs

L'alcalinité des cendres est égale à:

5 (10 — n) exprimée en milliéquivalents par litre;

0,345 (10 — n) exprimée en grammes de carbonate de potassium par litre.

L'alcalinité du gramme de cendres (chiffre d'alcalinité) est égale au rapport de l'alcalinité en carbonate de potassium au poids des cendres.

7.4. b) ALCALINITÉ PARTIELLE

MÉTHODE UNIQUE

Solutions

a) Indicateur composé: 0,04 g de méthyl-orange sont dissous dans 20 ml d'eau distillée, tandis que 0,2 g de vert de bromocrésol et 0,04 g de rouge de méthyle sont dissous dans 800 ml d'éthanol. On mélange les deux solutions. Le virage au gris se produit à pH 4,5;

b) Solution de chlorure de cérium: 10 g de $CeCl_3$, 7 H_2O très pur sont dissous dans la quantité d'eau distillée nécessaire pour avoir 12,5 ml de solution, mesurés dans une éprouvette graduée.

Mode opératoire

On dissout les cendres de 20 ml de vin dans 10 ml d'acide sulfurique 0,1 N. On porte à ébullition pour chasser CO_2. Après refroidissement, on ajoute 2 gouttes d'indicateur composé, 2 gouttes (4 en cas de vins riches en phosphates) de chlorure de cérium, et on titre avec de la soude 0,1 N jusqu'à virage de l'indicateur au gris. Afin de voir si on a ajouté assez de chlorure de cérium, on ajoute encore 1 goutte de cette solution, et si l'indicateur vire au rouge orangé, on ajoute encore un peu de soude 0,1 N jusqu'au virage au gris.

Calculs

Comme ci-dessus.

8. ACIDITÉ TOTALE

8.1. DÉFINITION

L'acidité totale est la somme des acidités titrables lorsqu'on amène le vin au pH 7 par addition d'une liqueur alcaline titrée. L'acide carbonique et l'anhydride sulfureux libre et combiné ne sont pas compris dans l'acidité totale.

Le vin est débarrassé du gaz carbonique par agitation à froid sous vide.

8.2. PRINCIPE DES MÉTHODES

Méthode de référence: Titrimétrie potentiométrique.

Méthode usuelle: Titrimétrie avec le bleu de bromothymol comme indicateur de fin de réaction.

Expression des résultats

L'acidité totale est exprimée en milliéquivalents par litre et déterminée à deux près ou en grammes par litre exprimé en acide tartrique.

8.3. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

Mode opératoire

a) Élimination préalable du gaz carbonique et de l'anhydride sulfureux

Il convient de débarrasser le vin du gaz carbonique dissous et de l'anhydride sulfureux qui s'y trouvent. Pour cela, placer 100 ml de vin dans un ballon de 500 ml surmonté d'un réfrigérant à reflux. Après avoir rempli l'atmosphère du ballon avec de l'azote, faire bouillir le vin pendant 1 heure en faisant passer un lent courant d'azote. Abandonner l'appareil jusqu'à refroidissement du vin, sans interrompre l'arrivée de l'azote.

b) Titrage

Dans un bécher, placer 20 ml de vin et ajouter de la soude 0,1 N jusqu'à ce que le pH mesuré avec une électrode de verre soit égal à 7 à 20 °C. L'addition de soude doit être faite lentement et la solution constamment agitée. Durée de l'opération: 5 minutes au moins.

Expression des résultats

Exprimer le résultat en milliéquivalents par litre ou en grammes par litre exprimé en acide tartrique.

8.4. MÉTHODE USUELLE

Il convient de chasser le gaz carbonique du vin en agitant 50 ml dans un ballon de 1 l en même temps qu'on fait le vide par une trompe à eau. L'agitation doit durer 1 à 2 minutes, jusqu'à ce que le dégagement du gaz dissous ait cessé. Sur ce vin seront prélevés les 10 ml de vin pour l'acidité totale et 20 ml pour l'acidité volatile.

Remarque:

L'acidité totale du vin étant mesurée à pH 7 en employant le bleu de bromothymol, un essai préalable permet d'établir un étalon de coloration ajusté à pH 7.

L'acidité de l'anhydride sulfureux libre et combiné est défalquée par la formule établie utilisant les volumes n′ et n″ d'iode 0,01 N utilisés pour l'oxydation des anhydrides sulfureux libre et combiné trouvés dans le distillat de l'acidité volatile à partir de 20 ml de vin (voir technique de dosage de l'acidité volatile).

Solutions

a) Soude 0,05 N exempte de CO_2;

b) Bleu de bromothymol 4 g,
alcool neutre 200 ml,
faire dissoudre, et ajouter:
eau sans CO_2 200 ml,
soude N q.s.p. coloration bleu-vert (pH 7) 7,5 ml environ,
eau q.s.p. 1 000 ml;

c) Solution tampon pH 7

phosphate monopotassique	107,3 g,
soude caustique N	500 ml,
eau q.s.p.	1 000 ml.

Mode opératoire

1. Essai préalable: Établissement de l'étalon de coloration. Dans un cristallisoir de 12 cm de diamètre, placer 25 ml d'eau distillée bouillie, 1 ml de bleu de bromothymol à 4 g/l, ajouter 5 ml de vin décarboniqué. Neutraliser par la soude 0,05 N ajoutée en quantité suffisante pour obtenir le virage au vert-bleu. Ajouter alors 5 ml de la solution tampon de pH 7.

2. Dosage proprement dit: Dans un cristallisoir de 12 cm de diamètre, mettre 30 ml d'eau distillée bouillie, 1 ml de bleu de bromothymol à 4 g/l, 5 ml de vin décarboniqué, et ajouter de la soude 0,05 N pour obtenir une coloration identique à celle obtenue dans l'essai précédent en ce plaçant dans les mêmes conditions d'observation.

   Soit n le volume employé.

Calculs

L'acidité totale est exprimée en milliéquivalents par litre:

$10\ n - 0{,}35\ n' - 0{,}25\ n''$

ou en grammes acide tartrique par litre:

$0{,}75\ (n - 0{,}035\ n' - 0{,}025\ n'')$.

Note:

1. Dans le cas des vins blancs, rosés ou rouges peu colorés, on peut doubler la quantité de vin. On utilise alors 10 ml de vin et de la soude 0,1 N, les formules de calcul étant les mêmes.

2. Lorsqu'on doit doser plusieurs vins de même origine, un seul étalon de coloration suffit pour tous les dosages. En cas de doute, il est toujours facile de vérifier après le dosage que le virage ne change pas par addition de quelques millilitres de la solution tampon pH 7.

9. ACIDITÉ VOLATILE

9.1. DÉFINITION

L'acidité volatile est constituée par la partie des acides gras appartenant à la série acétique qui se trouvent dans les vins, soit à l'état libre, soit à l'état salifié.

9.2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Méthode unique: La séparation des acides volatils est faite par entraînement à la vapeur d'eau et rectification des vapeurs. Le vin est acidifié par de l'acide tartrique (environ 0,5 g pour 20 ml) avant l'entraînement. On doit prendre toutes les précautions nécessaires pour éviter la présence du gaz carbonique dans le distillat. L'indicateur employé est la phénolphtaléine. L'acidité de l'anhydride sulfureux libre et combiné distillé n'est pas comprise dans l'acidité volatile et doit être retranchée de l'acidité du distillat ainsi que l'acidité de l'acide sorbique éventuellement présent.

9.3. EXPRESSION DES RÉSULTATS

L'acidité volatile est exprimée en milliéquivalents par litre et déterminée à 0,5 près.

MÉTHODE UNIQUE

Principe de l'appareil et de son contrôle

L'appareil se compose d'un générateur de vapeur d'eau, d'un barboteur dans lequel on place le vin, d'une colonne rectificatrice et d'un réfrigérant.

Étant donné le grand nombre d'appareils que l'on a proposés ou que l'on peut imaginer et devant les difficultés que présenterait l'adoption obligatoire d'un même appareil pour tous les utilisateurs de tous les pays, il paraît préférable et rationnel de fixer de la manière suivante les conditions minimales que doivent remplir tout appareil ou toute technique permettant de doser avec exactitude l'acidité volatile telle qu'elle a été définie:

1. La vapeur d'eau produite par le générateur doit être suffisamment exempte de CO_2 pour que 250 ml de distillat additionnés de 0,1 ml de soude 0,1 N et de 2 gouttes de phénolphtaléine à 1 % présentent une coloration stable, au moins 10 secondes;
2. Dans les conditions habituelles d'emploi, les 99,5 % de l'acide acétique en solution aqueuse placé dans le barboteur à la place du vin doivent se retrouver dans le distillat;
3. Si l'on place une solution normale d'acide lactique pur à la place du vin dans le barboteur, $5‰$ au plus de cet acide doivent se trouver dans le distillat obtenu dans les conditions qui permettent la distillation des 99,5 % de l'acidité acétique.

Tout appareil ou toute technique qui satisfait à ces trois essais successifs constitue un appareil ou une technique officielle internationale.

Les deux appareils ci-dessus répondent aux conditions prescrites: le premier convient aux laboratoires d'activité restreinte, le second est destiné aux laboratoires où un grand nombre de mesures d'acidité volatile doivent être effectuées tous les jours et dans les moindres délais:

1. PETIT APPAREIL

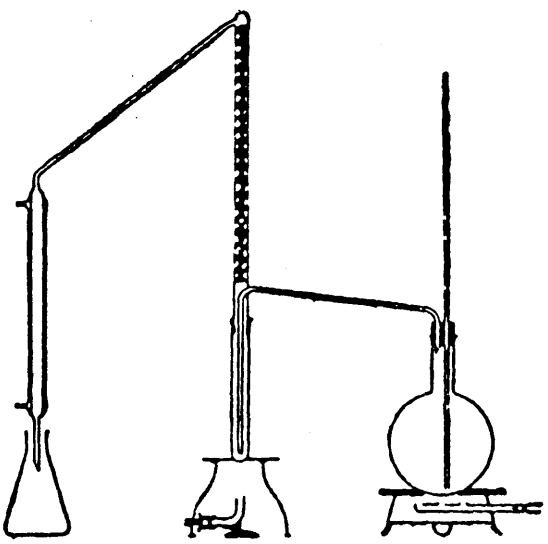
La vapeur est produite dans un ballon de 1 500 ml. Le barboteur est constitué par un tube cylindrique de 3 cm de diamètre et de 27 cm de hauteur. Ce tube est chauffé soit électriquement, soit par une flamme en écartant les gaz brûlés par un disque de tôle de 15 cm de diamètre présentant un orifice de 29 mm de diamètre dans lequel le fond du tube barboteur est engagé. Ce dispositif évite la pyrogénation des matières extractives du vin. Ce chauffage auxiliaire doit être réglé de manière à ce que le volume du vin ne diminue ni n'augmente de plus de 5 ml pendant le cours de l'entraînement. Le tube d'amenée de vapeur doit déboucher à 1 cm au-dessus du fond du barboteur.

La vapeur chargée d'acides volatils passe ensuite dans une colonne rectificatrice constituée par un tube cylindrique de 20 mm de diamètre et de 50 cm de hauteur contenant une hélice de toile d'acier inoxydable plissée n° 100 au pas de 15 mm.

Un réfrigérant de West de 40 cm de longueur active, placé verticalement, condense la vapeur.

Mode opératoire

Alimenter le générateur de vapeur avec de l'eau de chaux ou de l'eau de baryte limpide. Dans le barboteur placer 20 ml de vin préalablement débarrassé de gaz carbonique par agitation dans le vide à la température ordinaire. Ajouter au vin 0,5 g d'acide tartrique environ. Recueillir 250 ml de distillat en douze à quinze minutes.



Petit appareil pour la distillation de l'acidité volatile

Titrage

Titrer l'acidité par la soude 0,1 N en présence de 2 gouttes de phénolphtaléine à 1 % dans l'alcool neutre, soit n ml le volume de lessive alcaline employée. Aussitôt après le tirage acidimétrique, repasser en milieu acide par une goutte d'acide chlorhydrique pur, ajouter 2 ml d'empois d'amidon, un cristal d'iodure de potassium et titrer l'anhydride sulfureux libre par une solution d'iode 0,01 N, soit n' ml le volume employé. Ajouter alors 20 ml de solution saturée de borax (la solution redevient rose-pâle), puis la solution d'iode 0,01 N jusqu'à recoloration de l'empois d'amidon. Soit n'' le volume d'iode employé pendant ce second titrage qui a permis de déterminer l'anhydride sulfureux combiné à l'acétaldéhyde.

L'acidité volatile exprimée en milliéquivalents par litre est égale à:

$$5(n - 0{,}1\ n' - 0{,}05\ n'')$$

Note I:

Dans le cas d'échantillons stabilisés à l'acidité salicylique, l'acide salicylique entraîné, mesuré par colorimétrie à pH égal à 3 $\pm$ 0,5 doit être défalqué de ce chiffre.

Note II:

Dans le cas de vins additionnés d'acide sorbique, il convient de doser cet acide sur une petite partie du distillat prélevé avant tout titrage, car il est presque intégralement distillé en même temps que l'acide acétique. Mesurer à l'éprouvette le volume de ce distillat (de 250 à 300 ml).

Prélever 0,5 ml de distillat que l'on porte dans la cuve de silice de 1 cm d'épaisseur, destinée aux mesures spectrophotométriques; ajouter 1,5 ml de solution A de composition suivante [1]:

A	$NaH\ CO_3$	0,5 g
	$Cu\ SO_4, 5H_2O$	0,001 g
	Eau q.s.p.	1 000 ml

Abandonner la cuve à l'air durant quelques minutes, puis mesurer la densité optique à 256 nm, comparativement à l'eau, l'appareil ayant été étalonné avec une solution d'acide sorbique à 20 mg/l [2] dont on place 0,5 ml dans la cuve de 1 cm avec 1,5 ml de solution A.

Cette méthode est valable de 10 à 300 mg d'acide sorbique par litre. L'erreur sur cette mesure est de 1 % environ.

---

[1] Cette solution est destinée à favoriser l'oxydation du SO_2 distillé par l'oxygène de l'air, cet SO_2 donnant une absorption notable à 256 nm.

[2] Solution préparée en mettant 20 mg d'acide sorbique dans un ballon de 1 l avec 900 ml d'eau chaude, en agitant, en laissant refroidir et en portant à 1 l. On peut aussi dissoudre 26,8 mg de sorbate de potassium dans l'eau froide.

Un gramme d'acide sorbique correspond à 8,92 ml N et à 0,438 g d'acide sulfurique. Pour tout vin additionné de 200 mg d'acide sorbique par litre, la correction soustractive à faire subir à l'acidité volatile est de 1,8 milliéquivalent par litre de vin.

2. APPAREIL PERMETTANT LA DISTILLATION RAPIDE

Le générateur de vapeur est constitué par une chaudière en cuivre de 20 l de capacité alimentée d'une manière continue en eau de chaux diluée limpide. Son chauffage est assez énergique pour qu'elle débite un kg de vapeur en 12 minutes sous une pression de 50 cm d'eau au maximum.

Le barboteur et la colonne rectificatrice qui le surmontent sont composés, le premier par un tube en U dont l'une des branches est le tube d'amenée de vapeur de 10 mm de diamètre intérieur minimum relié à la conduite de vapeur de la chaudière. La deuxième branche se compose d'une partie cylindrique de 26 mm de diamètre et de 100 mm de hauteur au bas de laquelle la vapeur débouche par une plaque à ailettes. À ce cylindre sont soudées 2 boules, l'une de 500, l'autre de 1 000 ml superposées. Le vin est introduit par une tubulure latérale munie d'un bouchon. À la partie la plus basse du tube en U se trouve une ouverture par laquelle les vinasses sont rejetées à l'égout à la fin de l'opération. Pendant la marche, cette ouverture est obturée par un levier qui y appuie un tampon de caoutchouc. La partie cylindrique est chauffée électriquement par un ruban d'acier au nickel-chrome où 350 W sont dépensés sous 24 V pour vaporiser l'eau au fur et à mesure de sa condensation dans la colonne rectificatrice.

La colonne rectificatrice est une colonne à hélice en toile métallique gaufrée en acier inoxydable n° 100 et de 80 cm de hauteur et 20 mm de diamètre intérieur.

Le réfrigérant est constitué par un tube en acier inoxydable refroidi par un manchon d'eau courante de faible épaisseur.

Cet appareil peut être muni de différents dispositifs de commande simultanée et d'enclenchements qui permettent d'éviter les fausses manœuvres et en rendent le fonctionnement semi-automatique, si on le juge utile. Dans cet appareil on peut obtenir 250 ml de distillat en 4 minutes.

Le dosage est réalisé comme il a été décrit précédemment.

10. ACIDITÉ FIXE

L'acidité fixe est déterminée par la différence entre l'acidité totale et l'acidité volatile.

11. ACIDE TARTRIQUE

11.1. PRINCIPE DES MÉTHODES

a) **Méthode de référence**

L'acide tartrique, précipité sous forme de racémate de calcium, est dosé pondéralement. Ce dosage peut être complété par un dosage volumétrique de comparaison. Les conditions de précipitation: pH, volume total mis en œuvre, concentrations des ions précipitants, sont telles que la précipitation du racémate de calcium est totale tandis que le tartrate gauche de calcium demeure en solution.

Lorsque le vin a été additionné d'acide métatartrique, celui-ci doit être au préalable hydrolysé.

b) **Première méthode usuelle**

L'acide tartrique, isolé à l'aide d'une colonne échangeuse d'anions, est dosé colorimétriquement dans l'éluat grâce à la coloration rouge qu'il donne avec l'acide vanadique. Cet éluat contient aussi les acides lactique et malique qui ne sont pas gênants.

Expression des résultats

La quantité d'acide tartrique sera exprimée en milliéquivalents par litre et en grammes d'acide tartrique par litre. Précision de la mesure: 0,5 milliéquivalent par litre.

11.2. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

Réactifs

— Solution d'acétate de calcium contenant 10 g/l de calcium:

carbonate de calcium pur	25 g,
acide acétique cristallisable	40 ml,
eau, q.s.p.	1 l;

— Racémate de calcium cristallisé:

Dans un vase cylindrique de 400 ml, introduire 20 ml d'une solution d'acide tartrique droit à 5 g/l, 20 ml d'une solution de tartrate gauche d'ammonium à 6,126 g/l et 6 ml de la solution d'acétate de calcium à 10 g/l de calcium.

Laisser précipiter pendant 2 heures. Recueillir le précipité sur un creuset filtrant de porosité n° 4, le laver à 3 reprises avec 30 ml environ d'eau distillée. Sécher à l'étuve à 70 °C jusqu'à poids constant. Avec les quantités de réactif mises en œuvre, on obtient environ 340 mg de racémate de calcium cristallisé. Conserver en flacon bouché.

— Liqueur de précipitation (pH: 4,75):

tartrate gauche d'ammonium	150 mg,
solution d'acétate de calcium à 10 g de calcium par litre	8,8 ml,
eau, q.s.p.	1 l.

Dissoudre le tartrate gauche d'ammonium dans 900 ml d'eau; ajouter 8,8 ml de solution d'acétate de calcium et porter au litre. Le racémate de calcium étant légèrement soluble dans cette liqueur, il convient d'y introduire 5 mg de racémate de calcium par litre, de soumettre à l'agitation pendant 12 h et de filtrer.

Mode opératoire

Dans un vase cylindrique de 600 ml, placer 500 ml de liqueur de précipitation et 10 ml de vin. Mélanger en frottant les parois du vase avec l'extrémité d'une baguette de verre. Laisser précipiter pendant 12 heures (1 nuit).

Filtrer sur creuset filtrant de porosité n° 4, taré et disposé sur une fiole à vide propre, en entraînant le précipité. Rincer le vase où s'est effectuée la précipitation avec le filtrat et entraîner les dernières particules de précipité.

Sécher à l'étuve à 70 °C jusqu'à poids constant. Peser: soit p le poids de racémate de calcium, $Ca_4O_6H_4$, cristallisé avec 4 molécules d'eau.

Cas des vins additionnés d'acide métatartrique.

Lorsqu'on a affaire à un vin additionné d'acide métatartrique ou que l'on soupçonne cette addition, procéder à l'hydrolyse de cet acide dans les conditions suivantes.

Dans une fiole conique de 50 ml, placer 10 ml de vin et 0,4 ml d'acide acétique pur. Fermer la fiole par un bouchon muni d'un crachoir et porter à ébullition pendant 30 minutes. Après refroidissement, transvaser le liquide contenu dans la fiole conique dans un vase cylindrique; rincer la fiole 2 fois par 5 ml d'eau et continuer comme il est indiqué dans le mode opératoire ci-dessus.

L'acide métatartrique est compté comme acide tartrique dans le résultat du dosage.

Calcul et expression des résultats

Une molécule de racémate de calcium correspond à une demi-molécule d'acide tartrique droit du vin.

La quantité d'acide tartrique par litre de vin est égale à:

— 384,5 p exprimée en milliéquivalents,

— 28,84 p exprimée en grammes d'acide tartrique,

— 36,15 p exprimée en grammes de tartrate acide de potassium.

DOSAGE VOLUMÉTRIQUE DE COMPARAISON

Réactifs

— 0,2 N acide chlorhydrique (environ 82 g/l);

— Solution de complexon III 0,05 M:

complexon III (sel disodique bihydraté de l'acide éthylènediaminetétracétique): 18,61 g,
eau distillée q.s.p. 1 l;

— Lessive de soude à 40 % (p/v):

hydroxyde de sodium pur: 40 g,
eau distillée q.s.p.: 100 ml;

— Indicateur à l'acide calcone-carbinique:

acide calcone carbonique ou acide 2-hydroxy-4-sulfo-1-naphtylazo-3-naphtoïque: 1 g,
sulfate de sodium anhydre: 100 g.

Mode opératoire

Le précipité de racémate de calcium contenu dans le creuset est dissous, après pesée, dans 10 ml d'acide chlorhydrique dilué.

Laver le creuset filtrant avec 50 ml d'eau distillée.

Ajouter 5 ml de lessive de soude à 40 % et 30 mg d'indicateur. Titrer par le complexon III 0,05 M. Soit n le nombre de millilitres versés.

Calcul et expression des résultats

La quantité d'acide tartrique par litre de vin est égale à:

5 n exprimée en milliéquivalents,

0,375 n exprimée en grammes d'acide tartrique.

11.3. MÉTHODE USUELLE

Solutions

Pour le traitement préliminaire du vin:

— Échangeur d'anions de forte basicité III de Merck. L'échangeur doit se trouver sous la forme acétate. Pour ce faire, le conserver au moins une journée sous l'acide acétique à 30 %. Il est toutefois préférable d'en constituer une réserve plus importante qu'on maintiendra sous l'acide acétique à 30 % (verser 200 ml d'acide acétique à 30 % sur environ 100 g d'échangeur);

— Acide acétique à 30 %. Introduire 300 ml d'acide acétique cristallisable dans un flacon; compléter au litre avec de l'eau;

— Acide acétique à 0,5 %. Introduire 5 ml d'acide acétique cristallisable dans un flacon puis compléter au litre avec de l'eau;

— Solution de sulfate de sodium à 7,1 % (0,5 M). L'élution exige une réserve importante de ce réactif: faire dissoudre dans l'eau 355 g de sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4) puis compléter avec de l'eau au volume total de 5 l.

Pour le dosage de l'acide tartrique:

— Réactif vanadique.

Faire dissoudre 10 g de métavanadate d'ammonium dans 150 ml de solution d'hydroxyde de sodium N. Transvaser cette solution dans un ballon jaugé de 500 ml, ajouter 200 ml d'une solution d'acétate de sodium à 27 %. Porter à 500 ml avec de l'eau distillée;

— Solution titrée de H_2SO_4 2N;

— Solution titrée de H_2SO_4 0,1 N;

— Solution 0,05 M d'acide périodique (0,1 N).

Dans un ballon jaugé de 1 l, introduire 10,696 g de périodate de sodium, 50 ml d'acide sulfurique N et compléter au litre avec de l'eau distillée;

— Solution de glycérol à 10 %;

Peser 10 g de glycérol très pur bidistillé et les porter à 100 ml avec de l'eau distillée.

— Solution de sulfate de sodium à 7,1 %;

Faire dissoudre 71 g de sulfate de sodium anhydre dans de l'eau distillée. Porter à 1 l.

— Solution d'acide tartrique pur à 1 g/l

acide tartrique pur pour analyse	0,500 g,
solution d'hydroxyde de sodium N	6,66 ml,
solution de sulfate de sodium à 7,1 % q.s. p.	500 ml.

MODE OPÉRATOIRE

Préparation de la colonne d'échangeurs d'ions

Un tube en verre de 10—11 mm de diamètre intérieur et d'environ 300 mm de longueur est muni à son extrémité d'un robinet à écoulement au moyen d'un bouchon percé en caoutchouc. Le tube en verre du robinet ne doit pas dépasser la surface intérieure du bouchon afin d'éviter tout espace mort.

Recouvrir le bouchon en caoutchouc d'un tampon de coton de verre d'une hauteur d'environ 2—3 mm, remplir le tube avec de l'eau qu'on laissera écouler jusqu'à environ 5 mm au-dessus du coton de verre. Remplir le tube avec environ 10 ml de suspension d'échangeur dions sous sa forme acétate, en évitant les bulles d'air. Pour ce faire, mettre en suspension après agitation d'échangeur conservé sous l'acide acétique à 30 % et le verser rapidement dans le tube au moyen d'un entonnoir. Laisser déposer l'échangeur d'ions. Pousser un bouchon de coton de verre à travers le liquide au moyen d'une baguette en verre jusqu'à la surface de l'échangeur déposé. On évite ainsi qu'au cours des lavages ultérieurs, l'échangeur déposé soit remis en suspension.

L'échangeur ne peut servir qu'une seule fois.

Pour le dosage suivant, l'élimination du vieil échangeur est effectué très simplement en reliant le robinet ouvert à un tuyau branché sur la conduite d'eau. La pression d'eau de la conduite chassera tout le contenu sauf le tampon de coton de verre du bas qui reste habituellement en place.

Isolement de l'acide tartrique au moyen des échangeurs d'ions

Le robinet d'écoulement étant grand ouvert, laisser s'écouler l'acide acétique à 30% jusqu'à environ 2—3 mm au-dessus du tampon de coton de verre du haut. Ajouter alors environ 10 ml d'acide acétique à 0,5% et marquer au crayon gras l'emplacement du niveau du liquide. Le robinet étant grand ouvert, laisser écouler à nouveau le liquide jusqu'à 2—3 mm au-dessus du tampon de coton de verre supérieur. Recommencer encore 4 fois cette opération de lavage avec environ 10 ml d'acide acétique à 0,5%, la colonne étant remplie chaque fois jusqu'au trait de repère.

Après le dernier lavage, le robinet étant fermé, on verse sur l'échangeur 10 ml de vin ou de moût. (La teneur en sucre, en alcool, en matières colorantes ou en tannins n'est pas à prendre en considération.)

Laisser écouler le vin goutte à goutte, de façon à ne pas dépasser un débit de 1 à 1,5 goutte par seconde (ce qui correspond à un écoulement de 25 à 30 ml en 10 minutes) en arrêtant l'écoulement juste au-dessus du niveau du tampon de coton de verre du haut. Remplir de nouveau le tube avec de l'acide acétique à 0,5% jusqu'au trait de repère. Laisser s'écouler au même rythme que précédemment et laver ensuite encore 7 fois de la même façon avec chaque fois 10 ml d'eau. Il est recommandé d'effectuer les lavages à l'eau au moyen d'une pissette à main en arrosant les parois du tube jusqu'au trait de repère.

Au dernier lavage, fermer le robinet dès que le niveau du liquide se trouve un peu au-dessous du tampon de coton de verre du haut.

Utiliser ensuite comme ballon récepteur une fiole jaugée de 100 ml. Éluer les acides fixés sur l'échangeur à l'aide de la solution de sulfate de sodium 0,5 M jusqu'à affleurement au trait de jauge. Pour ce faire, le dispositif pratique suivant pourra être utilisé. Un flacon à tubulaire rempli de la solution 0,5 M de sulfate de sodium est relié par sa tubulure inférieure avec le tube échangeur au moyen d'un tuyau en caoutchouc (avec une pince à vis réglable, un tube effilé et un bouchon en caoutchouc). Les deux appareils étant ainsi reliés, ouvrir la pince à vis, soulever un peu le bouchon en caoutchouc pour permettre l'écoulement de la solution de sulfate de sodium jusqu'à emplissage du tube contenant l'échangeur sur une hauteur d'environ 10 cm, la liaison entre les appareils étant alors définitivement et hermétiquement établie. En ouvrant le robinet, la solution de sulfate de sodium s'écoule par le bas à la même allure que le tube se remplit. On règle l'écoulement au rythme de 2 à 3 gouttes par seconde, en abandonnant le système à lui-même jusqu'à ce que le ballon récepteur soit rempli jusqu'à son trait de jauge.

Dosage de l'acide tartrique

Dans deux fioles coniques a et b, de 100 ml, introduire 20 ml d'éluat.

La fiole a sert à la mesure, la fiole b, dans laquelle l'acide tartrique est détruit par l'acide périodique, constitue le témoin.

Introduire dans la fiole 2 ml de H_2SO_4 2 N, 5 ml de H_2SO_4 0,1 N et 1 ml de glycérol à 10%.

Dans la fiole b, introduire 2 ml de H_2SO_4 2 N, 5 ml d'acide périodique 0,05 M; attendre 15 minutes; ajouter 1 ml de solution de glycérol à 10% pour détruire l'excès d'acide périodique. Attendre 2 minutes.

Verser alors, en agitant, d'abord dans la fiole b, puis aussitôt après dans la fiole a, 5 ml de réactif vanadique. Déclencher immédiatement un chronomètre et introduire le contenu des fioles a et b dans les cuves à faces parallèles de 10 mm d'épaisseur du spectrophotomètre. Au bout de 1 minute et 30 secondes, on mesure la densité optique à 490 nanomètres du liquide provenant de la fiole a (mesure) après avoir réglé l'appareil pour obtenir la transmission 100% avec la cuve contenant le liquide témoin (fiole b).

Établissement de la courbe d'étalonnage

Prélever 10, 20, 30, 40 et 50 ml de la solution d'acide tartrique à 1 g/l dont la préparation est décrite à la page 49.

Les introduire dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter avec la solution de sulfate de sodium à 7,1% jusqu'au trait de jauge. On obtient ainsi des solutions qui correspondent à des éluats de vins contenant 1, 2, 3, 4 et 5 g/l d'acide tartrique.

Dans deux fioles coniques a et b de 100 ml, prélever 20 ml de chacune des solutions titrées d'acide tartrique et les traiter comme il a été décrit ci-dessus pour l'éluat de vin.

La représentation graphique des densités optiques de ces solutions en fonction de la teneur en acide tartrique est une droite qui s'incurve légèrement vers le point zéro. Aussi est-il recommandé de préciser davantage cette partie de la courbe en soumettant à la mesure des solutions contenant 0,1; 0,2; 0,3; 04; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1 g/l d'acide tartrique.

12. ACIDE CITRIQUE

MÉTHODE UNIQUE

12.1. PRINCIPE

L'acide citrique est précipité par l'ion baryum en milieu hydroalcoolique et alcalin. Après décoloration de la solution acquesuse du précipité barytique par le charbon actif, ou l'oxyde par l'acétate de plomb IV, il se forme en présence d'acide diazosulfanilique un composé jaune que l'on dose colorimétriquement à 420 nm.

12.2. RÉACTIFS (1)

— ammoniaque concentrée: $\varrho_{20} = 0{,}910$,

— solution de chlorure de baryum à 20 %: faire dissoudre 20 g de chlorure de baryum, $BaCl_2, 2H_2O$ pour analyse dans de l'eau distillée; porter à 100 ml,

— liqueur de lavage: mélanger 140 ml d'eau avec 300 ml d'alcool à 96 % vol,

— solution de sulfate de sodium à 7,1 %: faire dissoudre 71 g de sulfate de sodium anhydre pour analyse dans de l'eau et porter à 1 l,

— charbon actif,

— solution d'acétate de sodium à 27 %: faire dissoudre 270 g d'acétate de sodium anhydre pour analyse dans de l'eau et porter à 1 l,

— solution de nitrite de sodium à 2 %: faire dissoudre 2 g de nitrite de sodium cristallisé pour analyse dans de l'eau et porter à 100 ml (Cette solution se conserve longtemps en flacons bruns),

— solution d'acide sulfanilique: faire dissoudre 1,5 g d'acide sulfanilique dans 50 ml d'acide acétique cristallisable et porter à 250 ml avec de l'eau. Agiter fréquemment après préparation et laisser en repos pendant une nuit. Conservée en flacons bruns, cette solution est de conservation illimitée,

— solution saturée d'acétate de plomb IV: environ 50 g d'acétate de plomb IV (plomb tétracétate humecté d'acide acétique cristallisable) sont traités dans un flacon brun par environ 250 ml d'acide acétique cristallisable. Laisser se déposer la partie non dissoute de tétracétate de plomb jusqu'à l'obtention d'un liquide clair surnageant. La solution maintenue en flacon brun se conserve indéfiniment. Lorsqu'on a utilisé le liquide limpide surnageant, on peut, par action d'acide acétique cristallisable, reconstituer une nouvelle solution saturée,

— solution d'acétate de plomb IV à 1 %: prélever 5 ml de la solution saturée d'acétate de plomb IV; les placer dans une fiole conique de 250 ml et ajouter d'un seul coup 50 ml d'une solution d'iodure de potassium à 10 %. Titrer immédiatement avec une solution 0,1 N de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon. Soit n le nombre de millilitres versés.

Prélever un volume de solution saturée d'acétate de plomb IV égal à:

$$\frac{2{,}25 \times 1\,000}{n} \text{ ml}$$

et porter à 1 l avec de l'acide acétique cristallisable. Maintenue en flacons bruns, cette solution est d'une conservation illimitée.

12.3. MODE OPÉRATOIRE

Isolement de l'acide citrique

Introduire dans un tube à centrifuger à 40 à 50 ml de capacité 5 ml de vin ou de moût avec 1 ml d'ammoniaque concentrée et 1 ml de chlorure de baryum à 20 %. Mélanger avec une baguette de verre. Après 2 minutes environ, ajouter 15 ml d'alcool à 96 % vol et mélanger à nouveau avec la baguette de verre. Attendre 5 minutes, puis centrifuger pendant 3 à 4 minutes. Rejeter le liquide surnageant, puis laver le précipité de la façon suivante: Prélever 2 ml de liqueur de lavage au moyen d'une pipette de 2 ml, appliquer la pointe de la pipette en haut de la paroi intérieure du tube, vider la pipette en soufflant cependant qu'on imprime au tube une rotation sur son axe. Mettre alors le précipité en suspension au moyen d'une baguette de verre coiffée d'un caoutchouc lisse. Rincer la calotte en caoutchouc à 2 reprises avec 2 ml de liqueur de lavage en soufflant énergiquement dans la pipette pour que le jet de liqueur de lavage enlève les particules de précipité adhérentes au caoutchouc. Centrifuger à nouveau; rejeter le liquide limpide surnageant. Faire un deuxième lavage du précipité.

(1) Les réactifs utilisés doivent être très purs: on ne doit observer aucune précipitation ni coloration lorsqu'on procède à la suite des opérations décrites ci-dessous en l'absence d'acide citrique.

Le précipité encore humide de liqueur alcoolique de lavage est recouvert par environ 10 ml de la solution de sulfate de sodium à 7,1 %. Placer le tube à centrifuger dans un bain-marie bouillant pendant 10 minutes, tout en désagrégeant le précipité au moyen d'une baguette de verre de manière qu'il ne subsiste pas de grumeaux.

Le contenu encore chaud du tube est transvasé quantitativement dans un ballon jaugé de 50 ml au moyen de la solution de sulfate de sodium à 7,1 %. Laisser refroidir et porter au trait de jauge avec la solution de sulfate de sodium, mélanger et verser le contenu du ballon dans une fiole conique de 100 ml contenant 0,2 g de charbon actif. Agiter. Laisser reposer 5 minutes et filtrer sur filtre serré.

On obtient la solution à doser qui renferme l'acide citrique du vin ou du moût dilué au dixième.

Dosage de l'acide citrique

Prendre 2 fioles coniques de 50 ml a et b, contenant chacune 10 ml de solution d'acétate de sodium à 27 %. Ajouter dans chaque fiole 2 ml de solution à doser.

Préparer la solution de diazotation en ajoutant, en agitant, 5 ml de la solution d'acide sulfanilique à 1 ml de la solution de nitrite de sodium.

En agitant, verser dans la fiole a 2 ml de la solution de diazotation, puis 5 ml d'acide acétique cristallisable, et dans la fiole b 2 ml de solution de diazotation et 5 ml d'acétate de plomb IV à 1 % et déclencher immédiatement un chronomètre réglé sur 13 minutes exactement.

Après 5 minutes environ, filtrer le contenu des fioles a et b sur des filtres plissés à filtration rapide. Peu de temps avant l'achèvement des 13 minutes, verser les filtrats dans 2 cuves à faces parallèles de 30 mm d'épaisseur et les placer dans le spectrophotomètre. Dès les 13 minutes révolues, mesurer l'absorbance à 420 nm du liquide provenant de la fiole b, le liquide provenant de la fiole a servant d'essai à blanc.

Si la solution à doser est trop riche en acide citrique et que l'absorbance soit trop élevée, diluer cette solution avec la solution de sulfate de sodium à 7,1 %.

Se reporter à la courbe d'étalonnage indiquant la teneur du vin en grammes d'acide citrique $C_6H_8O_7$, H_2O, par litre.

Établissement de la courbe d'étalonnage

Faire dissoudre 273,4 mg d'acide citrique monohydrate, $C_6H_8O_7$, H_2O, (= 250 mg $C_6H_8O_7$) dans la solution de sulfate de sodium à 7,1 % ; porter à 100 mg avec cette solution. Prélever 10 ml de la solution obtenue et porter à 100 ml avec la solution de sulfate de sodium. Avec cette solution, préparer les solutions diluées suivantes, en portant chaque fois au volume indiqué avec la solution de sulfate de sodium à 7,1 % :

5 ml sont portés à 200 ml,
5 ml sont portés à 100 ml,
5 ml sont portés à 50 ml,
10 ml sont portés à 50 ml,
20 ml sont portés à 50 ml.

Ces différentes solutions correspondent aux solutions à doser provenant de vins contenant 0,0625 — 0,125 — 0,250 — 0,500 — 1 g d'acide citrique $C_6H_8O_7$ par litre.

Prélever 2 ml de chacune de ces dilutions et les introduire dans les fioles marquées a et b; poursuivre les opérations comme indiqué ci-dessus.

En soumettant à la mesure 2 ml de la solution de sulfate de sodium que l'on place dans les fioles a et b, et en opérant de manière identique, on obtient le point zéro de la courbe.

La représentation graphique des absorbances de ces solutions en fonction de la teneur en acide citrique n'est pas linéaire, mais présente une légère courbure.

13. ANHYDRIDE SULFUREUX

13.1. DÉFINITIONS

On appelle anhydride sulfureux libre l'anhydride sulfureux à l'état de SO_2 et à l'état de combinaisons minérales H_2SO_3, HSO_3^- et SO_3^{--}.

On appelle anhydride sulfureux combiné la différence entre l'anhydride sulfureux total et l'anhydride sulfureux libre.

13.2. PRINCIPES DES MÉTHODES

a) **Méthode de référence**

L'anhydride sulfureux est entraîné par un courant d'air ou d'azote, il est fixé et oxydé par barbotage dans une solution diluée et neutre d'eau oxygénée. L'acide sulfurique formé est dosé par une solution titrée d'hydroxyde de sodium.

L'entraînement à froid (10 °C) assure l'extraction et le dosage du seul anhydride sulfureux libre. À chaud (100 °C environ) on entraîne et dose l'anhydride sulfureux total.

b) **Méthode usuelle**

aa) Anhydride sulfureux libre: Titrage iodométrique direct avec titrage correctif sur le même vin dont l'anhydride libre a été combiné par un excès d'éthanal ou de propanal;

bb) Anhydride sulfureux combiné: Titrage iodométrique après double hydrolyse alcaline sur le vin dont l'anhydride libre a été oxydé au cours de son titrage iodométrique.

Expression des résultats

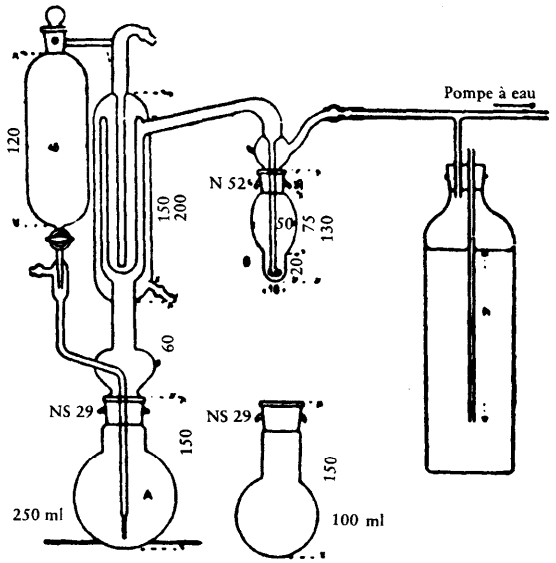
La quantité d'anhydride sulfureux sera exprimée en milligrammes d'anhydride sulfureux par litre et déterminée à 10 mg près par litre.

13.3. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

ANHYDRIDE SULFUREUX LIBRE ET COMBINÉ

Appareil

L'appareil utilisé doit être conforme au schéma ci-dessous, principalement en ce qui concerne le réfrigérant.



Les dimensions sont indiquées en millimètres.
Les diamètres internes des quatre tubes concentriques qui constituent le réfrigérant sont 45, 34, 27 et 10 mm.

Le tube d'amenée des gaz dans le barboteur « B » est terminé par une petite sphère de 1 cm de diamètre comportant sur son grand cercle horizontal 20 trous de 0,2 mm de diamètre. On peut également le terminer par une plaque de verre fritté assurant la formation d'un grand nombre de très petites bulles réalisant un bon contact des phases gazeuse et liquide.

Le débit gazeux qui doit parcourir l'appareil doit être de 40 l/h environ. Le flacon placé à la droite de l'appareil est destiné à limiter à 20 à 30 cm d'eau la dépression produite par la trompe à eau. Pour pouvoir régler cette dépression de manière que le débit soit correct, il y a avantage à placer un débimètre à tube semi-capillaire entre le barboteur et le flacon.

Solutions

— acide phosphorique à 25 % (p/v);

— eau oxygénée à 0,3 vol;

— réactif indicateur:

rouge de méthyle	100 mg,
bleu de méthylène	50 mg,
alcool à 50 °	100 ml;

— hydroxyde de sodium 0,01 N.

Mode opératoire

Le vin doit être maintenu à 20 °C en flacon plein et bouché pendant quatre jours avant le dosage de l'anhydride libre et combiné. Cette précaution est inutile si on ne veut doser que l'anhydride total.

Dosage de l'anhydride sulfureux libre

Dans le ballon « A » de 100 ml de l'appareil à entraînement, introduire 10 ml de vin et 5 ml d'acide phosphorique à 25 %. Mettre en place le ballon. Un ballon « A » de 250 ml est utilisé lorsqu'on emploie un plus grand volume de vin (20 ou 50 ml), si ce dernier est très pauvre en anhydride sulfureux.

Le ballon « A » doit être plongé dans un bain à 10 °C.

Dans le barboteur « B », placer 2 à 3 ml d'eau oxygénée à 0,3 vol, 2 gouttes de réactif indicateur et neutraliser l'eau oxygénée par l'hydroxyde de sodium 0,01 N.

Adapter ce barboteur à l'appareil.

Faire ensuite barboter l'air (ou l'azote) pendant 12 à 15 minutes. L'anhydride sulfureux libre entraîné est oxydé en acide sulfurique. Retirer le barboteur de l'appareil et titrer l'acide formé par la solution d'hydroxyde de sodium 0,01 N.

Soit n le nombre de millilitres versés.

Dosage de l'anhydride sulfureux combiné

Le dosage de l'anhydride sulfureux libre étant terminé, placer à nouveau dans le barboteur « B » 2 à 3 ml d'eau oxygénée, la neutraliser comme précédemment, porter le vin contenu dans le ballon « A » à ébullition au moyen d'une petite flamme de 4 à 5 cm de hauteur qui doit lécher directement le fond du ballon. Ne pas placer sous le ballon une toile métallique, mais le poser sur un disque percé d'un trou de 30 mm de diamètre. On évite ainsi la pyrogénation des matières extractives du vin sur les parois du ballon.

Maintenir l'ébullition pendant le passage du courant d'air (ou d'azote). En 12 à 15 minutes, l'anhydride sulfureux combiné a été entraîné et oxydé. Doser l'acide sulfurique formé par la solution 0,01 N d'hydroxyde de sodium.

Soit n' le nombre de millilitres versés.

Dosage de l'anhydride sulfureux total

L'anhydride sulfureux total s'obtient en faisant la somme de l'anhydride sulfureux libre et de l'anhydride sulfureux combiné.

L'anhydride sulfureux total peut être aussi déterminé directement en portant d'emblée la prise d'essai de 10 ml de vin à l'ébullition pendant le passage du courant d'air.

L'anhydride sulfureux libre et l'anhydride sulfureux combiné sont entraînés en même temps et l'acide sulfurique formé correspond à l'anhydride sulfureux total.

Soit n''' le nombre de millilitres de solution 0,01 N d'hydroxyde de sodium utilisés.

Calcul

Anhydride sulfureux libre en milligrammes par litre: 32 n.

Anhydride sulfureux combiné en milligrammes par litre: 32 n'.

Anhydride sulfureux total en milligrammes par litre: 32 (n + n') ou 32 n'''.

Note:

Si le vin contient plus de 2 g/l d'acide acétique (cas du vinaigre en particulier), on dosera l'acide acétique éventuellement entraîné par le gaz dans le barboteur. Cet entraînement est notable si le courant de gaz est trop rapide. Après le dosage acidimétrique du contenu du barboteur, on lui ajoute un cristal d'acide tartrique et on le traite par un courant de vapeur d'eau dans l'appareil utilisé pour la distillation de l'acidité volatile. L'acidité volatile ainsi mesurée est retranchée du dosage acidimétrique de l'anhydride sulfureux.

13.4. MÉTHODE USUELLE

ANHYDRIDE SULFUREUX LIBRE ET COMBINÉ

ANHYDRIDE SULFUREUX TOTAL

Solutions

a) Hydroxyde de sodium 4N (160 g/l);

b) Acide sulfurique au 1/10 en volume (180 g/l),

c) Empois d'amidon à 2,5 g/l. Dans un mortier broyer 2,5 g d'amidon soluble et 10 mg d'iodure mercurique, avec ce qu'il faut d'eau pour obtenir une bouillie fluide. Introduire cette dernière dans 1 litre d'eau en pleine ébullition, que l'on maintient 10 minutes. Le liquide obtenu est limpide. Au besoin filtrer;

d) Iode 0,05 N;

e) Thiosulfate de sodium 0,01 N.

Mode opératoire

Dans un erlenmeyer de 500 ml, placer:

— 50 ml de vin,

— 3 ml de H_2SO_4 au 1/10,

— 5 ml d'empois d'amidon,

— 30 ml de versénate de sodium (complex ou III).

Titrer par l'iode 0,05 N jusqu'à ce que la coloration bleue, d'abord fugace, persiste nettement durant 10 à 15 secondes (1). Soit n millilitres le volume d'iode utilisé.

Ajouter 8 ml de solution 4 N d'hydroxyde de sodium, agiter une seule fois et laisser 5 minutes en contact. Verser d'un seul coup et en agitant énergiquement le contenu d'un petit bécher dans lequel 10 ml d'acide sulfurique au 1/10 avaient été placés. Titrer immédiatement par l'iode 0,05 N soit n' le volume d'iode employé (1).

Ajouter 20 ml de soude 4 N, laisser en contact 5 minutes après avoir agité une seule fois. Diluer avec 200 ml d'eau aussi froide que possible.

En agitant énergiquement, verser d'un seul coup le contenu d'un bécher contenant 30 ml d'acide sulfurique au 1/10. Titrer par l'iode 0,05 N l'anhydride sulfureux libéré, soit n'' le volume d'iode employé (1).

Étant donné que certaines substances sont oxydées par l'iode en milieu acide, il est nécessaire — pour des dosages plus précis — d'évaluer la quantité d'iode ainsi utilisée. Pour cela, il faut combiner l'anhydride sulfureux libre par un excès d'éthanal ou de propanal, avant de traiter ce vin par l'iode. À 50 ml de vin placés dans une fiole conique de 300 ml, ajouter 5 ml de solution d'éthanal à 7 g/l ou 5 ml d'une solution de propanal à 10 g/l.

Boucher et laisser au repos 30 minutes au moins. Ajouter 3 ml d'acide sulfurique au 1/10 et de l'iode 0,05 N en quantité suffisante pour faire virer l'empois d'amidon. Soit n''' le volume d'iode employé (2).

---

(1) Si le virage précis de l'empois a été dépassé, avoir soin de revenir exactement à la décoloration de celui-ci par addition de thiosulfate 0,01 N.

(2) n''' est généralement faible: 0,2 à 0,3 ml 0,05 N. Si le vin a été additionné d'acide ascorbique, n''' est beaucoup plus élevé et on peut, au moins approximativement, mesurer la quantité de ce produit par la valeur de n''', sachant que 1 ml d'iode 0,05 N oxyde 4,4 mg d'acide ascorbique. Par la mesure de n''', on peut ainsi déceler sans difficultés les vins qui ont été additionnés d'acide ascorbique en quantité supérieure à 20 mg/l et qui ne s'est pas transformé en produits d'oxydation.

Calcul

n — n''' correspond à SO_2 libre.
Le vin contient: 32 (n — n''') mg de SO_2 libre par litre.

n' + n'' correspond à SO_2 combiné.
Le vin contient: 32 (n' + n'') mg de SO^2 combiné par litre.

n + n' + n'' — n''' correspond à SO_2 total.
Le vin contient: 32 (n + n' + n'' — n''') mg de SO_2 total par litre.

Note:

1. Pour les vins rouges pauvres en SO_2, il y a intérêt à employer de l'iode plus dilué que 0,05 N, par exemple 0,02 N. Remplacer le coefficient 32 par 12,8 dans les formules ci-dessus.
2. Pour les vins rouges, il y a avantage à éclairer le vin par-dessous avec un faisceau de lumière jaune obtenue à l'aide d'une ampoule électrique ordinaire et d'une solution de chromate de potassium ou à l'aide d'une lampe à vapeur de sodium. Il faut se placer dans une chambre noire et observer la transparence du vin, qui devient opaque dès que le virage de l'empois est atteint.
3. Lorsque la quantité d'anhydride sulfureux trouvée avoisine ou dépasse la limite légale, il convient de doser l'anhydride sulfureux total par la méthode de référence et de compléter cette détermination par le dosage des ions sulfuriques.
4. Lorsqu'on attache un intérêt particulier au dosage de l'anhydride sulfureux libre, il sera conventionnellement déterminé sur un échantillon maintenu pendant quatre jours à l'abri de l'air à la température de 20 °C avant l'analyse; celle-ci sera également exécutée à cette température.

14. pH DU VIN ET DU MOÛT

14.2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

On mesure la différence de potentiel entre deux électrodes plongées dans le liquide étudié. L'une de ces deux électrodes a un potentiel qui est une fonction définie du pH de ce liquide, l'autre a un potentiel fixe et connu et constitue l'électrode de référence.

Le pH doit être déterminé à ± 0,05 unité pH.

14.3. MÉTHODE UNIQUE

Appareillage et réactifs

— *pHmètre à échelle étalonnée en unités pH et électrodes:* Les électrodes de verre doivent être conservées dans l'eau distillée. Les électrodes au calomel chlorure de potassium saturé sont conservées dans une solution saturée de chlorure de potassium;

— *Solution 0,1 M de phtalate acide de potassium*, soit à 20,42 g/l;

— *Solution 0,1 M d'acide chlorhydrique*;

— *Solutions tampons:*

solution saturée de tartrate acide de potassium pur, soit au moins 5,7 g/l à 20 °C. Cette solution peut se conserver jusqu'à 2 mois en présence de 0,1 g de thymol pour 200 ml).

pH	3,57 à 20 °C
	3,56 à 25 °C
	3,55 à 30 °C

— *Solution 0,05 M de phtalate acide de potassium*, soit exactement 10,211 g de phtalate acide de potassium pur et sec par litre à 20 °C (durée maximale de conservation 2 mois).

pH	3,998 à 10 °C
	3,999 à 15 °C
	4,003 à 20 °C
	4,008 à 25 °C
	4,015 à 30 °C

Solution contenant:

phosphate monopotassique pur KH_2PO_4	3,402 g
phosphate dipotassique pur K_2HPO_4	4,354 g (1)
eau (H_2O) q.s.p.	1 l

(durée maximale de conservation 2 mois)

pH	6,90 à 15 °C
	6,88 à 20 °C
	6,86 à 25 °C
	6,85 à 30 °C

Mode opératoire

1. *Mise au zéro de l'appareil*

   Elle s'effectue avant toute mesure, en suivant les indications données pour l'appareil utilisé.

2. *Étalonnage du pHmètre:*

   On plonge l'électrode dans la solution tampon de pH 3,57, à la température de 20 °C et, sur l'échelle des pH, on amène l'aiguille sur cette valeur au moyen du bouton de réglage. On rejette la solution tampon et on rince soigneuesement l'électrode avec de l'eau distillée.

   On plonge alors l'électrode dans la solution tampon de pH 4,00 et à la température de 20 °C, l'aiguille doit indiquer la valeur 4 sur l'échelle des pH. On rince à nouveau soigneusement l'électrode.

3. *Mesure:*

   On plonge l'électrode dans le vin ou le jus de raisin dont la température doit être comprise entre 20 et 25 °C et aussi proche que possible de 20 °C. On lit directement sur l'échelle la valeur du pH.

   Effectuer au moins deux déterminations sur le même vin.

   Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations, qui ne doivent pas différer de plus de 0,1.

(1) Ou 3,55 g de phosphate disodique Na_2HPO_4 désséchés 2 heures à 110—130 °C.

15. ACIDE SORBIQUE

15.1. PRINCIPE

L'acide sorbique, entraînable par la vapeur d'eau (constante de volatilité 0,59), est dosé dans le distillat, après élimination des substances perturbatrices par évaporation à sec de la prise d'essai de distillat légèrement alcalinisée par l'eau de chaux, soit par spectrophotométrie d'absorption dans l'ultraviolet, soit par colorimétrie après oxydation en dialdéhyde malonique que l'on condense avec l'acide thiobarbiturique pour donner un composé rouge.

Les teneurs inférieures à 20 mg/l doivent être confirmées par la caractérisation par chromatographie en couche mince (sensibilité: 5 mg/l).

Obtention du distillat

Préparer le distillat comme il est indiqué pour le dosage de l'acidité volatile en recueillant 320 à 330 ml à partir de 20 ml de vin additionnés de 1 à 2 g d'acide tartrique, afin d'extraire l'acide sorbique en totalité [1].

15.2. SPECTROPHOTOMÉTRIE PAR ABSORPTION DANS L'ULTRAVIOLET

Réactifs

— eau de chaux, environ 0,04 N,

— solution de sulfate de cuivre à 50 mg/l:

$CuSO_4$ 5 H_2O pur	50 mg,
H_2SO_4 pur	0,1 ml,
eau q.s.p.	1 l,

— solution d'acide sorbique à 20 mg/l: Placer 20 mg d'acide sorbique dans un ballon jaugé de 1 l avec 900 ml d'eau chaude, agiter, laisser refroidir et porter à 1 l. On peut aussi dissoudre 26,8 mg de sorbate de potassium dans l'eau froide et porter à 1 l.

Mode opératoire

Dans une capsule de 55 mm de diamètre, placer 5 ml de distillat, ajouter 1 ml d'eau de chaux limpide environ 0,04 N et 1 goutte de solution de sulfate de cuivre. Évaporer à sec au bain-marie bouillant. Reprendre le résidu par de l'eau distillée et porter à 20 ml dans un ballon jaugé.

Mesurer l'absorbance à 256 nm comparativement à un blanc préparé en portant à 20 ml, 1 ml d'eau de chaux additionné de 1 goutte de solution de sulfate de cuivre.

Se reporter à une droite d'étalonnage, établie avec des solutions titrant: 0,5—1—2,5 et 5 mg d'acide sorbique par litre, dont on a mesuré l'absorbance par rapport à l'eau distillée. Ces solutions sont obtenues par dilution aqueuse de la solution étalon à 20 mg/l.

Calcul

Soit e mg/l la quantité d'acide sorbique que contient la solution placée dans la cuve, quantité donnée par la comparaison spectrophotométrique.

Si V ml est le volume (voisin de 330 ml) du distillat obtenu à partir de 20 ml de vin, le vin contient $0{,}2 \times e \times V$ mg d'acide sorbique par litre (soit $66 \times e$ mg/l si on a recueilli exactement 330 ml de distillat).

Si la teneur trouvée en acide sorbique est inférieure ou égale à 20 mg/l:

Procéder tout d'abord à la caractérisation de l'acide sorbique dans le vin par chromatographie en couche mince.

Si la présence d'acide sorbique est ainsi caractérisée, recommencer le dosage dans les conditions suivantes:

Prélever 50 ml de distillat. Les placer dans une capsule avec 3 ml d'eau de chaux limpide (environ 0,04 N) et 5 gouttes de solution de sulfate de cuivre. Évaporer à sec au bain-marie bouillant. Reprendre le résidu par de l'eau distillée et porter à un volume de 20 ml dans un ballon jaugé. Agiter. Continuer le dosage comme précédemment sur 5 ml de ce distillat concentré.

---

[1] Pour entraîner la totalité de l'acidité volatile, il suffit de recueillir 250 ml de distillat; pour que l'entraînement de l'acide sorbique soit total, il faut recueillir 320 à 330 ml. Le dosage de l'acide sorbique en vue de la correction de l'acidité volatile, tel qu'il est indiqué à la note 2 du chapitre « acidité volatile », permet de retrouver de 96 à 97 % de l'acide sorbique, si le volume de distillat recueilli est de 250 ml.

Calcul

Soit e mg/l la quantité d'acide sorbique que contient la solution, distillat concentré 2,5 fois, placé dans la cuve, quantité donnée par la comparaison spectrophotométrique.

Si V ml est le volume (voisin de 330 ml) du distillat obtenu à partir de 20 ml de vin, le vin contient 0,02 × e × V mg d'acide sorbique par litre.

15.3. DOSAGE COLORIMÉTRIQUE

Réactifs

— eau de chaux environ 0,04 N,

— acide sulfurique en solution N,

— dichromate de potassium en solution à 0,1 N,

— acide thiobarbiturique en solution à 0,2 % (p/v): Dissoudre 200 mg d'acide thiobarbiturique dans de l'eau distillée portée à 60—80 °C. Porter a 100 ml. La solution doit être parfaitement limpide, sinon filtrer. À préparer extemporanément.

— solution d'acide sorbique à 20 mg/l: Placer 20 mg d'acide sorbique dans un ballon jaugé de 1 l avec 900 ml d'eau chaude, agiter, laisser refroidir et porter à 1 l.

On peut aussi dissoudre 26,8 mg de sorbate de potassium dans l'eau froide et porter à 1 l.

Mode opératoire

Prélever 5 ml de distillat, les placer dans une capsule avec 1 ml d'eau de chaux limpide (environ 0,04 N). Évaporer à sec au bain-marie bouillant. Reprendre le résidu par de l'eau distillée et porter à 10 ml dans un ballon jaugé avec les eaux de rinçage de la capsule. Agiter.

Introduire successivement dans un tube à essai:

— 1 ml de ce distillat dilué au demi,

— 1 ml d'eau distillée,

— 1 ml de solution d'acide sulfurique,

— 0,2 ml de solution 0,1 N de dichromate de potassium.

Porter ce tube au bain-marie bouillant pendant 5 minutes exactement. Refroidir brusquement le tube dans un bain d'eau glacée et ajouter 2 ml de solution d'acide thiobarbiturique à 0,2 %. Porter à nouveau au bain-marie bouillant pendant 10 minutes exactement. Refroidir ensuite dans un bain d'eau glacée.

Il se développe une coloration rose dont l'absorbance doit être mesurée dans les 10 minutes qui suivent la sortie du bain-marie et sur un liquide complètement froid.

Les temps de chauffage et l'emploi d'un bain d'eau glacée doivent être observés très scrupuleusement, sinon l'intensité de la coloration est modifiée. Même à la température ordinaire, en été surtout, la coloration ne cesse d'évoleur.

Mesurer l'absorbance de la solution colorée à 532 nm par rapport à un témoin préparé avec 2 ml d'eau distillée additionnés des mêmes quantités des réactifs indiqués ci-dessus.

Se reporter à une droite d'étalonnage établie avec des solutions d'acide sorbique titrant 0,5—1—2,5 et 5 mg/l, préparées à partir de la solution à 20 mg/l: 1 ml de chacune de ces solutions est traité de la même façon que le distillat dilué au demi.

Calcul

Soit e mg/l la quantité d'acide sorbique que contient la solution placée dans la cuve, quantité donnée par la comparaison spectrophotométrique.

Si V ml est le volume (voisin de 330 ml) du distillat obtenu à partir de 20 ml de vin, le vin contient 0,1 × e × V mg d'acide sorbique par litre (soit 33 × e mg d'acide sorbique, si on a recueilli exactement 330 ml de distillat).

Si la teneur trouvée en acide sorbique est inférieure ou égale à 20 mg/l:

Procéder tout d'abord à la caractérisation de l'acide sorbique dans le vin par chromatographie en couche mince.

Si la présence d'acide sorbique est ainsi caractérisée, recommencer le dosage dans les conditions suivantes.

Prélever 50 ml de distillat. Les placer dans une capsule avec 3 ml d'eau de chaux (environ 0,04 N). Évaporer à sec sur un bain-marie bouillant. Reprendre le résidu par de l'eau distillée et porter à 20 ml dans un ballon jaugé avec les eaux de rinçage. Agiter.

Introduire successivement dans un tube à essai:

— 1 ml de ce distillat concentré 2,5 fois,

— 1 ml d'eau distillée,

— 1 ml de solution N d'acide sulfurique,

— 0,2 ml de solution 0,1 N de dichromate de potassium.

Continuer le dosage comme précédemment.

Calcul

Soit e mg/l la quantité d'acide sorbique que contient la solution placée dans la cuve, quantité donnée par la comparaison spectrophotométrique. Si V ml est le volume (voisin de 330 ml) du distillat obtenu à partir de 20 ml de vin, le vin contient 0,02 × e × V mg d'acide sorbique par litre.

16. ACIDE ASCORBIQUE

16.1. PRINCIPE DES MÉTHODES

a) **Dosage de l'acide ascorbique total**

L'acide ascorbique est oxydé par l'iode en acide déhydroascorbique que l'on précipite par la 2,4-dinitrophénylhydrazine en *bis* (2-4, dinitrophénylhydrazone). Après séparation par chromatographie en couche mince et solubilisation en milieu acétique, ce corps, coloré en rouge, est dosé colorimétriquement à 500 nm.

b) **Dosage de l'acide ascorbique actif** (méthode rapide d'essai)

La quantité d'acide ascorbique actif, encore réducteur, peut être mesurée approximativement par iodométrie directe sur le vin, dans lequel l'anhydride sulfureux libre a été préalablement combiné à l'éthanal ou au propanal.

16.2. DOSAGE DE L'ACIDE ASCORBIQUE TOTAL

Réactifs

— solution d'acide métaphosphorique à 30% (p/v): Broyer au mortier quelques morceaux d'acide métaphosphorique vitreux, en peser 30 g. Les laver rapidement en les recouvrant d'eau distillée et en agitant; rejeter l'eau de lavage. Dissoudre l'acide lavé dans de l'eau distillée en agitant. Compléter à 100 ml. La solution obtenue est environ à 30% en acide métaphosphorique.
Conserver au réfrigérateur et au maximum 1 semaine;

— solution d'acide métaphosphorique à 3% : Cette solution est préparée extemporanément par dilution de la solution d'acide métaphosphorique à 30%;

— solution d'acide métaphosphorique à 1% : Cette solution est préparée extemporanément par dilution de la solution d'acide métaphosphorique à 30%;

— suspension de polyamide: 10 g de poudre de polyamide pour chromatographie sont mis en contact avec 60 ml d'eau distillée pendant 2 heures (cette quantité est suffisante pour 4 déterminations);

— thiourée;

— solution 0,1 N d'iode;

— solution de 2,4-dinitrophénylhydrazine à 6% dans un mélange à parties égales d'acide acétique et d'acide sulfurique: La 2,4-dinitrophénylhydrazine est d'abord mise en suspension dans 50 ml d'acide acétique cristallisable; la solubilisation est obtenue par addition du même volume d'acide sulfurique pur (ϱ_{20} = 1,84);

— acétate d'éthyle additionné de 2% (v/v) d'acide acétique cristallisable;

— chloroforme;

— gel de silice G pour chromatographie;

— amidon soluble en solution à 0,5%;

— solvant:

acétate d'éthyle	50 parties (en volumes),
chloroforme	60 parties,
acide acétique cristallisable	5 parties.

Laisser reposer le solvant pendant 12 heures avant emploi;

— acide l-ascorbique.

Appareil

Dispositif pour l'étalement en couche mince.

Plaques de verre 20 × 20 cm.

Préparation des plaques pour chromatographie. Mettre en suspension 30 g de gel de silice dans 70 ml d'une solution aqueuse à 0,5% d'amidon soluble. Étaler cette suspension sur une épaisseur de 0,3 mm. Cette quantité suffit à la préparation de 5 plaques 20 × 20 cm. Après séchage à l'air pendant 15 minutes environ, activer les plaques en les maintenant pendant 1 heure et demie dans une étuve à 105 °C.

Mode opératoire

Oxydation en acide déhydroascorbique. Dans un ballon jaugé de 100 ml, placer 50 ml de vin, ajouter 15 ml de suspension de polyamide et porter au trait de jauge avec la solution d'acide métaphosphorique à 3 %. Laisser reposer pendant 1 h en agitant fréquemment. Filtrer sur un filtre plissé. Placer 20 ml de filtrat dans un tube à centrifuger de 50 ml de capacité et à bouchon rodé. Ajouter 1 ml de solution 0,1 N d'iode. Mélanger et, après 1 minute, réduire l'excès d'iode par addition de 25 mg environ de thiourée.

Formation et extraction de la *bis* (2,4-dinitrophénylhydrazone) de l'acide dicétogulonique

Placer le tube dans un bain-marie à une température comprise entre 5 et 10 °C; ajouter 4 ml de solution de 2,4-dinitrophénylhydrazine. Mélanger soigneusement en évitant de mouiller le bouchon de verre. Maintenir ensuite le tube bien fermé dans un bain à 20 °C pendant environ 16 heures (une nuit).

Introduire 15 ml d'acétate d'éthyle additionné de 2 % d'acide acétique dans le tube à centrifuger. Fermer le tube avec son bouchon rodé et agiter vigoureusement pendant 30 secondes; centrifuger ensuite pendant 5 minutes à 1 000—1 200 tours/minute. Prélever à la pipette 10 ml d'acétate d'éthyle d'extraction dans une fiole conique à bouchage émeri.

Dans le tube à centrifuger, introduire 5 ml d'acétate d'éthyle contenant 2 % d'acide acétique; agiter à nouveau pendant 30 secondes et centrifuger pendant 5 minutes à 1 000—1 200 tours/minute. Prélever 5 ml de l'acétate d'éthyle d'extraction et les joindre dans la fiole conique aux 10 ml de la première extraction. Mélanger.

Isolement de la *bis* (2,4-dinitrophénylhydrazone) par chromatographie: En laissant une marge de 2 cm au bas d'une plaque et, latéralement, déposer sur toute la ligne de départ 0,2 ml d'acétate d'éthyle d'extraction. Placer une couche de 1 cm de solvant environ dans une cuve à chromatographie et laisser l'atmosphère se saturer des vapeurs du solvant avant d'introduire la plaque. On laissera migrer le solvant jusqu'au bord supérieur de la plaque (Cette séparation chromatographique doit être faite dans les 2 heures qui suivent l'extraction).

Sécher les plaques pendant 1 heure sous une hotte ventilée. La plaque étant en position verticale, sur une feuille de papier glacé, racler à l'aide d'une spatule, perpendiculairement à la direction de migration, la zone de coloration rouge caractéristique de la *bis* (2,4-dinitrophénylhydrazone) et ce à l'abri de tout courant d'air. Placer sans perte le produit pulvérulent ontenu dans un petit pèse-matière à bouchage émeri avec 4 ml d'acide acétique cristallisable. L'aisser au repos pendant 30 minutes en agitant fréquemment. Filtrer sur un petit filtre plissé directement dans la cuve de 10 mm d'épaisseur du spectrophotomètre, en reversant sur le filtre les 25 à 30 premières gouttes pour obtenir un filtrat parfaitement limpide.

Mesurer l'absorbance de cette solution à 500 nm en utilisant l'acide acétique comme liquide de comparaison et la reporter sur la courbe d'étalonnage.

Établissement de la courbe d'étalonnage

Préparer une solution d'acide L-ascorbique à 1 g pour 100 ml en utilisant la solution d'acide métaphosphorique à 1 % comme solvant.

Diluer à 100 ml 5—10 et 15 ml de cette solution en utilisant la même solution d'acide métaphosphorique comme diluant.

Avec 50 ml de chacune de ces dilutions à 50—100—150 mg d'acide ascorbique par litre, effectuer les réactions successives indiquées plus haut.

La représentation graphique des absorbances en fonction de la concentration des solutions est une droite qui passe par l'origine.

16.3. MÉTHODE RAPIDE D'ESSAI

Dosage de l'acide ascorbique actif

Solutions

— solution d'éthanal à 6,9 g/l: Obtenue par distillation de métaldéhyde ou de paraldéhyde, en présence d'acide sulfurique et titrée par la méthode au sulfite de sodium. On ajuste cette solution à 6,9 g/l. 1 ml de cette solution combine 10 mg d'anhydride sulfureux;

— acide sulfurique au 1/10 en volume (180 g/l);

— empois d'amidon à 5 g/l: Contenant 200 g de chlorure de sodium par litre, pour assurer sa conservation. Cette solution doit être maintenue pendant 10 minutes en ébullition, au moment de sa préparation;

— iode 0,05 N.

Mode opératoire

À 50 ml de vin placés dans une fiole conique de 300 ml, ajouter 5 ml de solution d'éthanal à 6,9 g/l [1]. Boucher et laisser au repos pendant 30 minutes au moins. Ajouter 3 ml d'acide sulfurique au 1/10 et de l'iode 0,05 N en quantité suffisante pour faire virer l'empois d'amidon. Soit n le volume d'iode employé.

1 ml d'iode 0,05 N oxyde 4,4 mg d'acide ascorbique.

Le vin contient approximativement 88 n mg d'acide ascorbique par litre.

Note:

1. Certaines substances du vin sont oxydées par l'iode en milieu acide, mais le volume d'iode 0,05 N consommé dans les conditions ci-dessus est généralement faible: 0,2 à 0,3 ml. Cette méthode permet ainsi de déceler les vins qui ont été additionnés d'acide ascorbique en quantité supérieure à 20 mg/l et qui ne s'est pas transformé en produits d'oxydation.
2. Pour les vins rouges, il y a avantage à éclairer le vin par dessous avec un faisceau de lumière jaune obtenue à l'aide d'une ampoule électrique ordinaire et d'une solution de chromate de potassium ou à l'aide d'une lampe à vapeur de sodium. Il faut se placer dans une chambre noire et observer la transparence du vin, qui devient opaque dès que le virage de l'empois est atteint.

[1] On peut aussi utiliser 5 ml d'une solution de propanal à 10 g/l.

17. SODIUM

PRINCIPE DE LA MÉTHODE UNIQUE

Le sodium est dosé de la même manière que le potassium à l'aide d'un photomètre à flamme par la mesure de l'intensité des radiations 589,0 et 589,6 nm émises dans la flamme d'un brûleur alimenté en gaz comburant contenant le nébulisat de vin dilué au 1/10 ou davantage.

Appareil

Étant donné que la méthode est comparative, la sensibilité du photomètre et la température de la flamme n'ont pas une influence essentielle, mais il convient de donner la préférence à la flamme butane-air pour le dosage des métaux alcalins, pour éviter l'interférence des autres cations.

Le photomètre doit être réglé à partir de diverses dilutions d'une solution de référence contenant 20 mg de sodium par litre (0,869 mé/l) et divers anions, cations et matières organiques en quantités voisines de celles qui existent dans un vin moyen dilué au 1/10 avec de l'eau.

Solutions

Solution de référence		*Solution de dilution*	
alcool absolu	10 ml	alcool absolu	10 ml
acide citrique	700 mg	acide citrique	700 mg
sucre	300 mg	sucre	300 mg
glycérol	1 000 mg	glycérol	1 000 mg
tartrate acide de potassium	481,3 mg	tartrate acide de potassium	481,3 mg
chlorure de calcium sec	10 mg	chlorure de calcium sec	10 mg
chlorure de magnésium sec	10 mg	chlorure de magnésium sec	10 mg
chlorure de sodium sec	50,84 mg	eau q.s.p.	1 l
eau q.s.p.	1 l		

Pour préparer les solutions, on commence par dissoudre 481,3 mg de tartrate acide de potassium pur dans un demi-litre d'eau très chaude et on mélange cette solution aux autres corps préalablement dissous dans 400 ml d'eau; on porte au litre. On assure la conservation de ces solutions par 2 gouttes d'isothiocyanate d'allyle.

Dans le cas de vins doux et des moûts, ajouter en outre une quantité de sucre semblable à celle qui existe dans le vin (ou le moût) dilué au 1/10 avec de l'eau.

Dans le cas des vins salicylés à 1 g/l, il faut ajouter 86,4 mg d'acide salicylique par litre de solution de référence et de dilution, cette substance ayant une action notable sur le résultat.

Mode opératoire

On réglera et étalonnera le photomètre avec la solution de référence pure et avec diverses dilutions de cette solution de référence au 1/20, 1/10, 1/2, 3/4, avec la solution de dilution.

La mesure sera faite avec du vin dilué au 1/10 avec de l'eau.

Si cela est nécessaire, on diluera le vin déjà dilué au 1/10 avec la solution de dilution, pour que le spot du galvanomètre ne dépasse pas la graduation 100.

18. FER

18.1. PRINCIPE DES MÉTHODES

a) **Méthode de référence:** Dosage spectrophotométrique du fer total par l'orthophénantroline après minéralisation par le perhydrol;

b) **Première méthode usuelle:** Dosage spectométrique;

c) **Deuxième méthode usuelle:** Dosage spectrophotométrique d'absorption atomique.

18.2. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

1. MINÉRALISATION

Solutions

— perhydrol à 100—110 volumes, exempte de fer,

— acide chlorhydrique normal, exempt de fer,

— ammoniaque pure, densité 0,92,

— pierre-ponce en grains, traitée par l'acide chlorhydrique au 1/2 et bouillant et lavée avec de l'eau distillée.

Mode opératoire

Le mode opératoire comprend deux variantes, suivant la teneur en sucre des vins:

a) *Cas des vins secs ou modérément sucrés* (jusqu'à 50 g/l de sucre). Introduire dans le ballon de Kjeldahl de 100 ml de capacité quelques grains de pierre-ponce, 20 ml de vin et 10 ml d'eau oxygénée à 100 volumes. Concentrer le liquide au bain de sable jusqu'à un volume de 2 à 3 ml. Après refroidissement, ajouter au résidu obtenu, à l'aide d'une burette, goutte à goutte, 3 à 4 ml ou plus suivant les besoins d'ammoniaque, sans mouiller les parois du ballon. Il faut en ajouter un excès perceptible à l'odeur juste nécessaire pour alcaliniser le milieu et pour précipiter les hydroxydes métalliques. L'intensité de la réaction entre l'eau oxygénée et l'ammoniaque doit être contrôlée, soit par refroidissement à l'aide de l'eau froide, soit par réchauffement modéré à l'aide d'un bain-marie.

   Après refroidissement, additionner le liquide alcalain d'acide chlorhydrique normal en quantité nécessaire pour dissoudre le précipité des hydroxydes formés; transvaser la solution obtenue dans un ballon jaugé de 100 ml. Après le lavage du ballon de Kjeddahl avec de l'acide normal, compléter le volume dans la fiole jaugée au trait à l'aide du même acide.

b) *Cas des vins riches en sucres.* Le traitement oxydant des vins riches en sucres (50—200 g/l) diffère légèrement du mode opératoire exposé plus haut. La prise d'essai de 20 ml de vin est traitée par 20 ml d'eau oxygénée. Les liquides contenant plus de 200 g/l de sucre doivent être préalablement dilués au 1/2 ou même au 1/4.

   Remarque:

   On aura soin d'effectuer les essais à blanc avec de l'eau distillée et en employant le volume d'eau oxygénée utilisé pour les essais principaux.

2. DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

Solutions

— solution d'hydroquinone à 2,5% dans l'eau acidulée (10 ml d'acide sulfurique pur par litre de solution). Cette solution est conservée dans un flacon jaune en glacière et remplacée dès apparition du moindre brunissement,

— solution de sulfite de sodium à 20% à partir de sulfite neutre et anhydre,

— solution d'acétate d'ammonium à 20%,

— solution d'orthophénantroline à 0,5% dans l'alcool à 96% vol,

— solution titrée de fer III, à 1 g/l de fer. Peser 8,6341 g d'alun de fer et d'ammonium et les introduire dans une fiole jaugée de 1 l; les dissoudre dans une centaine de millilitres d'acide chlorhydrique normal. La dissolution n'étant pas instantanée, il faut agiter de temps à autre. Compléter la solution limpide au trait avec le même acide. Le titre de cette solution doit être vérifié.

Réduction du fer III et formation du complexe coloré

Prélever deux prises d'essai de 20 ml chacune de la solution chlorhydrique dont le volume est de 100 ml et les introduire respectivement dans deux fioles jaugées de 50 ml bouchées à l'émeri. Ajouter dans chaque fiole 2 ml de solution d'hydroquinone, 2 ml de la solution de sulfite et 1 ml de la solution d'orthophénantroline. Laisser au repos pendant 15 minutes; la réduction s'effectue à pH voisin de 1—2. Ajouter alors 10 ml d'acétate d'ammonium; la coloration de l'orthophénantroline ferreuse apparaît brusquement; compléter le volume à 50 ml avec de l'eau distillée. Procéder ensuite aux mesures colorimétriques.

Mesures colorimétriques et calcul des résultats

Mesurer la densité optique pour la radiation 508 nm. À défaut de spectrophotomètre à monochromateur, employer le filtre Wratten n° 75 bleu-vert. Établir la courbe de référence à l'aide d'une gamme de concentrations en fer s'étendant de 0 à 200 μg dans 50 ml. En général, la cuve de 10 mm d'épaisseur est suffisante. Toutefois, l'emploi de cuves de différentes épaisseurs permet d'éviter les dilutions et d'augmenter la précision des mesures.

Dans ces conditions, établir pour chaque cuve une courbe de référence. Dresser ces courbes de telle façon qu'aux densités optiques lues correspondent des nombres de microgrammes de fer contenus dans un volume de 50 ml de l'essai soumis à la mesure colorimétrique. Ce volume contient 20 ml de liquide acide prélevé sur 100 ml d'une solution acide obtenue à la suite du traitement oxydatif du vin. Ces 100 ml correspondent à la prise d'essai de 20 ml de vin.

En appelant n le nombre de μg de fer contenus dans 50 ml de la solution examinée et correspondant à 20 ml de la solution acide, c'est-à-dire à 4 ml de vin, la quantité de fer est de 0,25 n mg de fer par litre de vin.

Domaine d'application et exactitude de la technique

La technique décrite permet de doser, sans recours à la dilution grâce au jeu de cuves, des teneurs en fer comprises entre 1,25 et 75 mg/l pour une prise d'essai de 20 ml de vin; la limite inférieure peut être reculée aux environs de 0,5 mg/l par l'augmentation de la prise d'essai.

La précision des mesures est de 10 % pour les teneurs en fer de 1,25 à 5 mg de fer par litre de vin, et inférieure à 5 % pour les quantités dépassant 5 mg/l.

18.3. PREMIÈRE MÉTHODE USUELLE

Principe

Le fer, réduit par le chlorhydrate d'hydroxylamine, est combiné à l'orthophénantroline ajoutée au vin. La transmission de la radiation 508 nm est traduite en quantités de fer se rapportant à une courbe de référence. Pour les vins rouges très colorés, opérer sur la solution des cendres du vin.

Solutions

Solution 1:

acide chlorhydrique concentré (d = 1,19)	170 ml
chlorhydrate d'hydroxylamine	10 g
eau, q.s.p.	1 000 ml

Solution 2:

O-phénantroline	1 g
eau, q.s.p.	100 ml

Solution 3:

acétate d'ammonium	180 g
eau, q.s.p.	1 000 ml

Note:

La présence de traces de fer dans l'eau ou dans les réactifs n'affecte pas la rigueur des résultats.

À la différence des solutions d'hydroquinone, la solution acide de chlorhydrate d'hydroxylamine se maintient inaltérée pendant plusieurs mois.

Mode opératoire

Dans deux ballons jaugés de 50 ml, on introduit 10 ml de vin, puis 10 ml de la solution 1. Dans l'un des ballons, on introduit encore 1 ml de la solution 2. On laisse reposer pendant 15 minutes, après quoi on ajoute 10 ml de la solution 3 dans chaque ballon. Cette addition fait aussitôt virer vers le rouge orangé la teinte du liquide contenu dans le ballon ayant reçu de la phénantroline (solution 2), alors que l'aspect du second ballon (ballon témoin) demeure inchangé ou tend simplement vers une nuance grisâtre.

On complète au trait avec de l'eau et détermine photométriquement la transmission du liquide du premier ballon par comparaison avec le liquide du second ballon et en utilisant un filtre avec maximum de transmission autour de 508 nm. On traduit en milligrammes de fer par litre de vin le résultat de la lecture, en se reportant à une courbe étalon établie une fois pour toutes d'après les indications données ci-dessous.

Établissement de la courbe étalon

On dissout à chaud 1 g de fil de clavecin dans 250 ml d'acide sulfurique à 20 % en prenant les précautions usuelles contre les pertes par projections. L'attaque terminée, on refroidit et porte le volume à 1 l .Ce liquide constitue la solution-mère qui se conserve indéfiniment.

On peut aussi préparer la solution-mère à partir de sel de Mohr de titre connu. Pour du sel de Mohr à 100 % de pureté, l'équivalence est la suivante:

1 g de fer = 7,018 g de sel de Mohr (pesé à l'air)

On prélève 20 ml de solution-mère et on porte à 1 l. Au moyen de cette solution diluée, qui contient 0,02 mg/ml de fer, on prépare des échantillons correspondant à des teneurs en fer comprises entre 0,4 et 4 mg/l de vin. À cet effet, on introduit dans des ballons jaugés de 50 ml des quantités de solution diluée comprises entre 1 et 10 ml.

Dans chaque ballon, on introduit encore 10 ml de solution 1 et 1 ml de solution 2. On laisse reposer pendant 15 minutes et on poursuit le dosage comme indiqué dans le procédé général: addition de 10 ml de solution 3 et d'eau en quantité suffisante pour compléter au trait. On procède aux lectures photométriques par comparaison avec un témoin préparé par mélange de 10 ml de solution 1, 10 ml de solution 3 et d'eau en quantité suffisante pour porter le volume à 50 ml (1). Sur du papier semi-logarithmique, on porte les valeurs de la transmission en fonction des teneurs en fer exprimées en milligrammes par litre, et on trace la droite passant par les points ainsi déterminés.

Rectification de la courbe étalon

Il peut arriver que, en dépit d'un travail correct, les repères établis expérimentalement ne soient pas exactement alignés. Cette anomalie relève en général d'un défaut de sensibilité du type de photomètre utilisé. En pareille circonstance, et afin d'éviter de multiplier les mesures, on se servira des résultats déjà acquis pour appliquer la méthode des moindres carrés au calcul des valeurs les plus probables des constantes A et k de l'équation:

$$Y = \log y = A - kx$$

dans laquelle:

y = transmission, en %,
x = teneur en fer (exprimée en mg/l de vin).

Cette relation établie, on calcule les valeurs Y_1 et Y_2 correspondant à des valeurs x_1 et x_2 arbitrairement choisies (par exemple $x_1 = 0$ et $x_2 = 10$). La courbe étalon rectifée est dressée en tirant, sur du papier semilogarithmique, la droite passant par les points de coordonnées (x_1, Y_1) et (x_2, Y_2).

Il est à remarquer que la droite ainsi tracée ne passe par l'origine que si les réactifs sont exempts de fer (en l'absence de phénantroline, ceux-ci n'influencent pratiquement pas la transmission).

Cas particuliers

Vins à forte teneur en fer

Il est avantageux, mais non indispensable, de se servir d'un photomètre comportant des cuves de différentes épaisseurs efficaces et d'établir une courbe étalon pour chaque dimension de cuve. On doit en tout cas tenir compte du fait que la loi de Lambert-Beer ne s'applique que dans l'intervalle de 20 à 200 µg (pour 50 ml). Si la concentration est trop élevée pour permettre une appréciation correcte de la transmission, on répétera le dosage sur une prise d'échantillon plus faible (2). On pourra aussi diluer (par exemple de 1 à 2 ou de 1 à 5) le contenu des deux ballons au moyen d'une solution préparée par mélange extemporané de:

solution 1: 1 partie,
solution 3: 1 partie,
eau: 3 parties.

(1) D'une manière symétrique à ce qui a été fait pour le vin, on n'introduit pas de phénantroline (solution 2) dans le liquide témoin. Veiller aussi à bien utiliser pour ces lectures le même filtre que pour les dosages proprement dits.

(2) Les valeurs de la transmission les plus favorables à une détermination comprises entre 30 et 70 %.

Vins rouges très colorés

Dans le cas d'échantillons fortement colorés, la méthode, qui conserve évidemment toute sa rigueur du point de vue théorique, risque néanmoins de perdre de sa sensibilité, car l'intensité lumineuse absorbée par la phénantroline ferreuse peut alors ne représenter qu'une fraction minime de l'absorption totale, de sorte que les résultats sont sujets à caution. Il est alors indiqué d'entreprendre le dosage sur une quantité moindre de vin, ou de procéder sur les cendres. Conduite dans les conditions exposées ci-après, la calcination ne doit pas entraîner de pertes supérieures à 5 %.

Dosage du fer dans les cendres du vin

Dans une capsule de platine à fond plat et paroi mince d'environ 8 cm de diamètre et 1,5 à 2 cm de hauteur, on introduit 10 ml de vin. On évapore au bain-marie et sèche à l'étuve à 110—120 °C. On calcine à flamme très modérée, en évitant la fusion des cendres. On pourra au besoin se débarasser des dernières particules charbonneuses en reprenant les cendres par quelques millilitres d'eau, en séchant à nouveau, et en répétant la calcination. Après refroidissement, on humecte les cendres et on les dissout dans 10 ml de solution 1. On porte la capsule au bain-marie. Après 3 à 5 minutes, on transvase le liquide dans un ballon jaugé de 50 ml, on rince 3 fois la capsule au moyen de 2 à 3 ml d'eau en recueillant les eaux de rinçage dans le ballon. On refroidit, puis on ajoute 1 ml de solution 2. Dans un second ballon de 50 ml, on introduit 10 ml de solution 1 [1]. On attend 15 minutes, puis on continue le dosage comme dans le procédé général: addition, aux deux ballons, de 10 ml de solution 3 et d'eau en quantité suffisante pour compléter au trait, puis détermination photométrique de la transmission.

18.4. DEUXIÈME MÉTHODE USUELLE

1. **Principe de la méthode**

   Emploi de la spectrophotométrie d'absorption atomique

2. **Réactifs**

   2.1. Fer métal

   2.2. Acide nitrique concentré (d = 1,413)

   2.3. Acide nitrique dilué (1 + 1)

   2.4. Eau bidistillée

3. **Appareils et accessoires**

   3.1. Pipette jaugée

   3.2. Micropipette

   3.3. Fiole jaugée

   3.4. Spectrophotomètre d'absorption atomique

   3.5. Lampe à cathode creuse pour le fer

   3.6. Gaz d'alimentation: air, acétylène et/ou protoxyde d'azote

4. **Mode opératoire**

   4.1. *Préparation de l'échantillon*

   Prélever avec une pipette jaugée 20 ml de l'échantillon, les placer dans une fiole jaugée de 100 ml et amener au trait de jauge avec de l'eau bidistillée.

   Lire au spectrophotomètre d'absorption atomique l'absorbance de l'échantillon dilué à la longueur d'onde de 248,3 nm. Au moyen de la courbe d'étalonnage en déduire la concentration en fer.

   4.2. *Préparation de la courbe d'étalonnage*

   Peser 1,000 g de fer métal, transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter de l'acide nitrique dilué en quantité strictement suffisante pour dissoudre le métal, ajouter 10 ml d'acide nitrique concentré, porter au trait de jauge avec de l'eau bidistillée.

   Cette solution contient 1 000 mg/l de fer (solution A). À l'aide d'une pipette jaugée, prélever 10 ml de la solution A et les placer dans une fiole jaugée de 100 ml en complétant le volume avec de l'eau bidistillée; cette solution contient 100 mg/l de fer (solution B).

---

[1] Mais pas de solution 2 (phénantroline).

À l'aide d'une microburette, prélever 1, 2, 5 ml de solution B, les placer dans une fiole jaugée de 100 ml en complétant le volume avec de l'eau bidistillée; on obtient ainsi des solutions contenant respectivement 1, 2, 5 mg/l de fer. Avec les valeurs d'absorbance de ces solutions, mesurées comme il est décrit en 5-1, construire la courbe d'étalonnage.

5. **Expressions des résultats**

Ils sont donnés en mg/l selon la formule: $C \times n$,

où C: concentration en fer, relevée sur la courbe d'étalonnage, de l'échantillon dilué,

n: dilution effectuée.

6. **Observations**

6.1. Les solutions pour l'établissement de la courbe d'étalonnage et les dilutions de l'échantillon doivent toutefois être choisies en fonction de la sensibilité de l'appareil utilisé et de la concentration en fer présente dans l'échantillon.

6.2. Pour une série de déterminations, il est opportun de contrôler au moins un point de la courbe d'étalonnage.

19. CUIVRE

1. **Principe de la méthode unique**

   Emploi de la spectrophotométrie d'absorption atomique.

2. **Réactifs**

   2.1. Cuivre métal

   2.2. Acide nitrique concentré 65 % (d = 1,40)

   2.3. Acide nitrique dilué (1 + 1)

   2.4. Eau bidistillée

3. **Appareils et accessoires**

   3.1. Pipette jaugée

   3.2. Micropipette

   3.3. Fiole jaugée

   3.4. Capsule de platine

   3.5. Spectrophotomètre d'absorption atomique

   3.6. Lampe à cathode creuse pour le cuivre

   3.7. Gaz d'alimentation: air, acétylène et/ou protoxyde d'azote

4. **Mode opératoire**

   4.1. *Préparation de l'échantillon*

   Prélever avec une pipette jaugée 20 ml de l'échantillon, les placer dans une fiole jaugée de 100 ml et amener au trait de jauge avec de l'eau bidistillée.

   Lire au spectrophotomètre d'absorption atomique l'absorbance de l'échantillon dilué à la longueur d'onde de 324,8 nm. Au moyen de la courbe d'étalonnage en déduire la concentration en cuivre.

   4.2. *Préparation de la courbe d'étalonnage*

   Peser 1,000 g de cuivre métal, transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter de l'acide nitrique dilué en quantité strictement suffisante pour dissoudre le métal, ajouter 10 ml d'acide nitrique concentré, porter au trait de jauge avec de l'eau bidistillée. Cette solution contient 1 000 mg/l de cuivre (solution A).

   À l'aide d'une pipette jaugée, prélever 10 ml de la solution A et les placer dans une fiole jaugée de 100 ml en complétant le volume avec de l'eau bidistillée; cette solution contient 100 mg/l de cuivre (solution B).

   À l'aide d'une microburette, prélever 0,5, 1, 2 ml de solution B, les placer dans une fiole jaugée de 100 ml en complétant le volume avec de l'eau bidistillée; on obtient ainsi des solutions contenant respectivement 0,5, 1, 2 mg/l de cuivre. Avec les valeurs d'absorbance de ces solutions, mesurées comme il est décrit au point 4.1, construire la courbe d'étalonnage.

5. **Expression des résultats**

   Ils sont donnés en mg/l selon la formule: $C \times n$,

   ou C = concentration en cuivre, relevée sur la courbe d'étalonnage, de l'échantillon dilué,

   n = dilution effectuée.

6. **Observations**

   6.1. Les solutions pour l'établissement de la courbe d'étalonnage et les dilutions de l'échantillon doivent toutefois être choisies en fonction de la sensibilité de l'appareil utilisé et de la concentration en cuivre présente dans l'échantillon.

   6.2. Pour une série de déterminations, il est opportun de contrôler au moins un point de la courbe d'étalonnage.

6.3. Pour des concentrations très faibles en cuivre dans l'échantillon, le mode opératoire est le suivant: placer 100 ml d'échantillon dans une capsule de platine, évaporer au bain-marie jusqu'à consistance sirupeuse, ajouter goutte à goutte 2,5 ml d'acide sulfurique concentré en cherchant à recouvrir tout le fond de la capsule. Procéder avec précaution à l'incinération du résidu sur une plaque chauffante électrique ou bien sur une petite flamme; introduire ensuite la capsule dans un four à moufle réglé à 500 ° ± 25 °C, la laisser pendant environ une heure. Après refroidissement, humecter les cendres avec 1 ml d'acide nitrique concentré en les écrasant avec une petite baguette de verre, évaporer et incinérer à nouveau comme précédemment. Porter à nouveau la capsule dans le four pendant 15 minutes; répéter au moins trois fois ce traitement avec l'acide nitrique concentré. Solubiliser les cendres en ajoutant dans la capsule 1 ml d'acide nitrique concentré et 2 ml d'eau bidistillée; transvaser dans une fiole jaugée de 10 ml. Laver la capsule trois fois avec 2 ml chaque fois d'eau bidistillée, compléter au trait de jauge avec de l'eau bidistillée.

20. ARGENT

1. **Principe de la méthode unique**

Emploi de la spectrophotométrie d'absorption atomique précédée de la minéralisation de l'échantillon.

2. **Réactifs**

2.1. Nitrate d'argent

2.2. Acide nitrique concentré 65 % (d = 1,40)

2.3. Acide nitrique dilué (1 + 9)

2.4. Eau bidistillée

3. **Appareils et accessoires**

3.1. Capsule de platine

3.2. Fiole jaugée

3.3. Pipette jaugée

3.4. Spectrophotomètre d'absorption atomique

3.5. Lampe à cathode creuse pour l'argent

3.6. Gaz d'alimentation: air, acétylène

4. **Mode opératoire**

4.1. *Préparation de l'échantillon*

Placer 20 ml d'échantillon dans une capsule de platine, évaporer à sec au bain-marie bouillant. Incinérer au four à moufle à 500—525 °C. Reprendre les cendres blanches avec 1 ml d'acide nitrique concentré, évaporer au bain-marie, répéter l'addition de 1 ml d'acide nitrique et l'évaporation. Ajouter 5 ml d'acide nitrique dilué et chauffer légèrement jusqu'à dissolution. Effectuer la mesure de l'absorbance au spectrophotomètre d'absorption atomique à la longueur d'onde de 328,1 nm dans une flamme air-acétylène.

4.2. *Préparation de la courbe d'étalonnage*

1,5750 g de nitrate d'argent est mis en solution dans l'acide nitrique dilué dans une fiole jaugée de 1 000 ml (solution A).

10 ml de solution A sont dilués à 1 000 ml avec l'acide nitrique dilué (solution B).

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, placer 2, 4, 6, 8, 10 et 20 ml de solution B et porter au trait de jauge avec l'acide nitrique dilué. Ces solutions contiennent 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,0 et 2,0 mg/l d'argent.

Effectuer les mesures au spectrophotomètre et construire la courbe d'étalonnage avec les valeurs d'absorbance trouvées.

5. **Expression des résultats**

La concentration en argent de l'échantillon est égale à $\frac{C}{4}$ mg/l

où:

C = concentration correspondant à la lecture sur la courbe d'étalonnage.

6. **Observations**

Les solutions de référence pour la construction de la courbe d'étalonnage, la quantité d'échantillon prélevée et le volume final de liquide peuvent être modifiés en fonction de la sensibilité de l'appareil utilisé.

21. DÉRIVÉS CYANÉS

21.1. PRINCIPE DES MÉTHODES

a) **Méthode rapide d'essai**

Contrôle des vins traités par le ferrocyanure de potassium.

Vérification de l'absence de précipité de ferrocyanure ferrique en suspension ou dans le dépôt.

Vérification de l'absence de formation de ferrocyanure ferrique par addition d'un sel ferrique au vin acidulé.

Vérification de la présence de fer précipitant par un mélange de ferrocyanure et de ferricyanure alcalins ajouté au vin acidulé.

b) **Méthodes usuelles**

Dosage argentimétrique de l'acide cyanhydrique total libéré par hydrolyse acide et distillé. Dosage argentimétrique de l'acide cyanhydrique libre distillé sous pression réduite ou entraîné par un courant d'air à la température ordinaire.

Ces dérivés cyanés sont exprimés en milligrammes d'acide cyanhydrique par litre et déterminés à 0,1 mg près.

Les traces d'acide cyanhydrique libre et d'acide cyanhydrique libéré par distillation en milieu acide à partir de divers composés naturels du vin sont dosées par colorimétrie à l'acide du réactif pyridinophénylpyrazolonique.

21.2. MÉTHODE RAPIDE D'ESSAI

Contrôle des vins traités par le ferrocyanure de potassium

1. Recherche des traces de ferrocyanure ferrique en suspension: Après agitation de l'échantillon, placer 20 ml de vin dans un tube à centrifuger conique de 30 ml. Centrifuger pendant 15 minutes à 3 500 tours/minute. Le culot de centrifugation doit être totalement exempt de particules bleues (1).

2. Recherche de traces d'ions ferrocyanogènes en solution: Dans un tube à centrifuger conique de 30 ml, placer 20 ml de vin limpide, 1 ml d'acide chlorhydrique au demi en volume et 1 goutte d'une solution de sulfate ferrique et d'ammonium à 15 %. Après agitation et repos d'au moins 24 heures, centrifuger pendant 15 minutes à 3 500 tours/minute. Le culot de centrifugation doit être totalement exempt de particules bleues de ferrocyanure ferrique.

3. Vérification de la présence d'ions fer dans le vin: Dans un tube à essai, placer 20 ml de vin, 1 ml d'acide chlorhydrique exempt de fer dilué au demi en volume (2), 1 goutte d'une solution de ferricyanure de potassium à 10 % et 1 goutte d'une solution de ferricyanure de potassium à 10 % de préparation très récente. Une coloration ou un précipité de couleur bleue doit apparaître en moins de 30 minutes. En filtrant sur un filtre sans plis de 5 cm de diamètre et en rinçant ce filtre 2 fois avec 5 ml d'eau, on doit observer un dépôt bleu sur ce papier.

21.3. MÉTHODES USUELLES

I. DOSAGE ARGENTIMÉTRIQUE DE L'ACIDE CYANHYDRIQUE TOTAL

Appareil

Un ballon à fond rond de 300 ml est placé, le col incliné, sur une plaque de fer de 200/200 mm, présentant une ouverture de 50 mm de diamètre. Ce ballon est relié par un tube muni de rodages normalisés à l'extrémité supérieure d'un réfrigérant de West (3), dont le manchon réfrigérant présente 350 mm de longueur.

L'extrémité inférieure de ce réfrigérant, tenu verticalement, porte une allonge terminée par une partie effilée qui conduit le distillat au fond d'un ballon récepteur de 50 ml. Ce ballon est entièrement immergé dans de l'eau glacée.

---

(1) On peut remplacer la centrifugation par la filtration sur du papier exempt de fer (diamètre du filtre: 5 cm) ou mieux sur filtre écran (diamètre des pores: μ 0,45 cm).

(2) On obtient facilement de l'acide chlorhydrique dilué au demi exempt de fer en diluant de l'acide chlorhydrique pur du commerce avec son volume d'eau et en le distillant.

(3) Ce réfrigérant est constitué par un cylindre de verre mince placé dans un manchon de verre dont le diamètre intérieur est supérieur de 1 mm seulement au diamètre extérieur du cylindre à réfrigérer. De cette manière, l'eau froide circule avec rapidité contre la paroi à réfrigérer.

Solutions

— acide sulfurique dilué: Mélanger 200 ml d'acide sulfurique dans une quantité d'eau suffisante pour obtenir 1 000 ml de solution,

— solution de rouge de phénol: 0,05 g de rouge de phénol sont dissous dans 1,4 ml d'une solution 0,1 N d'hydroxyde de sodium; porter la solution à 1 000 ml,

— solution d'iodure de potassium: Dissoudre 250 g d'iodure de potassium dans une quantité d'eau suffisante pour obtenir 1 l,

— solution 0,001 N de nitrate d'argent: 10 ml d'une solution 0,1 N de nitrate d'argent sont dilués à 1 000 ml après addition de 0,5 ml d'acide nitrique concentré,

— solution 1 N d'hydroxyde de sodium pur, exempt de fer.

Mode opératoire

Introduire 100 ml de vin filtré (ou non filtré si on désire doser aussi l'acide cyanhydrique contenu dans l'éventuel trouble bleu), ajouter environ 0,005 g de chlorure cuivrique et 10 ml d'acide sulfurique dilué. Dans le ballon récepteur, placer 5 ml de solution normale d'hydroxyde de sodium pur, exempt de fer. Distiller jusqu'à ce que le ballon de 50 ml soit plein.

Ce distillat est versé dans un bécher de 400 ml posé sur un bain-marie bouillant [1] et pour accélérer l'évaporation diriger un courant d'air froid assez vif produit par une soufflerie à la surface du liquide alcalin. Il faut réduire le volume à 5 à 7 ml, ce qui demande environ 30 minutes (ne jamais réduire le volume à moins de 5 ml).

La solution refroidie est filtrée à travers un petit filtre [2] en recueillant le filtrat dans un tube cylindrique de 20 mm de diamètre et de 180 mm de longueur. Laver le bécher et le filtre avec quelques millilitres d'eau.

Le tube de verre est placé sur un fond noir et éclairé latéralement par un faisceau de lumière blanche. Le liquide doit être parfaitement limpide [3].

Ajouter deux gouttes de solution de rouge de phénol pour sensibiliser le virage [4] et une goutte de solution d'iodure de potassium. Titrer avec la solution millinormale de nitrate d'argent jusqu'à obtention d'un trouble faible mais stable. Soit n le volume de solution nécessaire pour obtenir ce résultat.

Préparer d'autre part un tube semblable avec 5 ml de solution normale d'hydroxyde de sodium pur, deux gouttes de solution de rouge de phénol [4], une goutte de solution d'iodure de potassium et une quantité d'eau pure suffisante pour obtenir un volume identique à celui de l'essai ci-dessus. Ajouter la solution 0,001 N de nitrate d'argent en quantité suffisante pour obtenir le même trouble, soit n′ le volume employé [5].

Calcul

1 ml solution 0,001 N de nitrate d'argent correspond à 54 μg d'acide cyanhydrique, donc 0,54 (n — n′) est la quantité d'acide cyanhydrique totale contenu dans 1 l de vin, exprimée en milligrammes. Ne conserver qu'une décimale après la virgule.

Ne retenir comme significatifs de la présence de composés cyanhydriques dans le vin que les essais pour lesquels n — n′ est supérieur à 0,5 ml.

Lorsque n — n′ est supérieur à 20 ml, recommencer toutes les opérations en utilisant une solution 0,01 de nitrate d'argent. Lorsque n — n′ est supérieur à 10 ml, rechercher et doser l'acide cyanhydrique libre par le procédé suivant (II).

II. DOSAGE DE L'ACIDE CYANHYDRIQUE LIBRE

Appareil

L'appareil est formé par deux ballons de 1 l, A et B, reliés par un tube droit de 30 mm de diamètre et de 300 mm de longueur comportant un rodage permettant de les séparer. L'un des ballons (A) est muni d'un robinet pouvant être relié à une pompe à vide ou sur lequel on peut adapter un petit entonnoir au moyen d'un raccord plastique.

---

[1] Le bain-marie doit être chauffé à l'électricité parce que les gaz de combustion du gaz de houille contiennent des traces d'acide cyanhydrique. Ne pas fumer dans le laboratoire pendant cette évaporation parce que la fumée de tabac contient de l'acide cyanhydrique.

[2] La filtration est inutile, si le résidu est tout à fait limpide; elle est nécessaire si l'air du laboratoire contient des poussières.

[3] Certains vins, tels que des vins de liqueur, etc., donnent un distillat qui n'est pas limpide malgré la filtration; il faut alors placer ce distillat dans un ballon à distiller de 200 ml et le porter à 30 ml avec de l'eau pure et le distiller encore alcalin en rejetant le premier distillat de volume égal à 15 ml environ. Refroidir le contenu du ballon, l'aciduler par 5 ml environ d'acide sulfurique dilué et reprendre la distillation en recueillant le distillat sur 5 ml de solution normale d'hydroxyde de sodium. Distiller 5 ml environ de liquide. Il est alors limpide.

[4] Cette addition est facultative, certaines personnes observent mieux l'apparition du trouble dans une solution rose que dans une solution incolore.

[5] n′ est égal à 0,05 ou 0,1 ml, si le volume d'eau employé est inférieur à 10 ml. Pour avoir un virage sensible, il faut que ce volume soit aussi petit que possible, éviter donc toute cause de dilution, dans la mesure du possible, au cours de l'opération principale.

Le tube droit reliant les ballons repose sur un mécanisme assurant la rotation de l'ensemble autour de son axe, à vitesse modérée.

Mode opératoire

Introduire 5 ml de solution d'hydroxyde de sodium dans le ballon B et 5 ml d'eau dans le ballon A. Relier les deux ballons par le rodage et faire le vide dans l'appareil en chauffant légèrement le contenu des deux ballons de manière à vaporiser un peu d'eau pour que la vapeur produite chasse les dernières traces d'air. Fermer le robinet et supprimer la liaison avec la pompe à vide. Plonger B dans de l'eau froide, puis dans de l'eau glacée. Introduire avec précaution 100 ml de vin dans A en évitant la moindre entrée d'air.

Plonger le ballon A dans une capsule renfermant de l'eau tiède. Le vin se met à bouillir. Activer la distillation en faisant tourner lentement l'appareil autour de son axe.

Après avoir distillé les deux tiers du contenu du ballon A (ce qui demande une vingtaine de minutes), inverser l'appareil en plongeant B dans l'eau tiède et A dans l'eau glacée. Redistiller en sens inverse environ un tiers du contenu de B.

Le ballon A renferme l'alcool, les aldéhydes, les esters, les ions ferrocyanogènes mêlés au résidu du vin.

Le dosage argentimétrique de l'acide cyanhydrique dans le contenu du ballon B est alors effectué comme il est indiqué en I.

III. DOSAGE DE TRACE D'ACIDE CYANHYDRIQUE TOTAL

Appareil

L'appareil a été décrit ci-dessus au paragraphe I.

Solutions

— chloramine T à 1 % dans l'eau distillée;

— tampon pH 7,5:

phosphate monopotassique	94 g,
hydroxyde de sodium en solution normale	565 ml,
eau distilliée q.s.p.	1 000 ml;

— solution 1,5 N d'acide phosphorique (0,75 M): Cette solution est obtenue par dilution à 1/18 (en volume) de l'acide phosphorique à 60 °C Bé (d = 1,71) et ajustage à 1,5 N par titrage par la solution N d'hydroxyde de sodium en présence de phénolphtaléine.

— *bis* (1-phényl-3-méthyl-5-pyrazolone): Dissoudre 17,4 g de 1-phényl-3-méthyl-5-pyrazolone dans 100 ml d'alcool à 95 % vol, ajouter 25 g de phénylhydrazine fraîchement distillée, porter à ébullition sous reflux pendant 4 heures. Le mélange est filtré chaud et le précipité lavé plusieurs fois avec de l'alcool à 95 % vol. Le point de fusion du produit obtenu est de 320 °C.

L'ébullition sous reflux devra être prolongée au-delà de 4 heures si l'apparition de cristaux jaunes est peu abondante après ce temps.

Renouveler ce produit tous les ans au moins.

Préparation du réactif: Dans un ballon de 100 ml, introduire 150 mg de 1-phényl-3-méthyl-5-pyrazolone et les dissoudre dans 50 ml d'alcool à 95 % vol distillé sur hydroxyde de sodium, compléter à 100 ml avec de l'eau distillée.

D'autre part, peser 20 mg de *bis* (1-phényl-3-méthyl-5-pyrazolone) et les dissoudre par agitation prolongée dans 20 ml de pyridine.

Mélanger les deux solutions ainsi obtenues en les versant dans un flacon en verre jaune enveloppé d'un papier noir.

Conserver au réfrigérateur.

Mode opératoire

Introduire successivement dans le ballon à distiller de 300 ml, 50 ml de vin, 1 à 2 mg de chlorure cuivrique et 5 ml 0,2 N d'acide sulfurique.

Le distillat sera reçu dans un ballon de 40 ml préalablement garni de 4 ml d'une solution normale d'hydroxyde de sodium. Distiller jusqu'à obtention de 40 ml.

Ce distillat est alors versé dans un bécher de 250 ml, le ballon récepteur étant rincé avec 5 ml d'eau distillée. Noter le niveau du liquide dans le bécher et le placer sur un bain-marie bouillant et diriger un jet d'air froid assez vif à la surface du liquide. Le volume est réduit à 28—30 ml en 15 mn environ.

Transvaser ce résidu dans un ballon à distiller de 300 ml identique au premier ballon, rincer le bécher avec 5 ml d'eau distillée et refroidir le liquide en introduisant ce ballon dans de l'eau glacée. Ajouter une petite quantité d'empois d'amidon sensible et 6 à 7 ml d'acide sulfurique normal. Oxyder par la solution 0,1 N d'iode l'anhydride sulfureux, jusqu'à virage au bleu de l'empois (1). Décolorer cet empois par addition d'une ou quelques gouttes de solution 0,01 N de thiosulfate et adapter immédiatement ce ballon à l'appareil à distiller indiqué en I.

Distiller lentement au début, plus rapidement ensuite, en recevant le distillat dans un ballon de 40 ml, renfermant 4 ml de solution N d'hydroxyde de sodium. Arrêter la distillation lorsque l'on a obtenu 28 ml de liquide dans le ballon récepteur.

Introduire dans ce ballon en mélangeant après chaque addition: 2 ml de solution tampon pH 7,5, 3 ml de solution d'acide phosphorique 1,5 N. Vérifier avec un papier à pH que l'on a bien le pH 7,5, ajuster à ce pH si nécessaire. Ajouter alors 0,3 ml de chloramine T à 1 % et laisser au repos 1,5 minute. Ajouter 6 ml de réactif pyridine-pyrazolone, mélanger, ajuster à 40 ml avec de l'eau distillée, mélanger.

Mesurer la densité optique après 45 minutes à 1 heure à 625 nm par rapport à une solution témoin, ou par rapport à de l'eau distillée.

Étalonner l'appareil à l'aide de solutions obtenues de la même manière à partir de 0,1, 0,2, 0,5 ....., 5 μg d'acide cyanhydrique dans les 40 ml de mélange.

Sensibilités

Cette méthode permet de doser des quantités d'acide cyanhydrique comprises entre 2 et 300 μg/l de vin.

Si on désire une sensibilité moindre, on peut n'employer que 25 ou 10 ml du distillat secondaire porté à 40 ml. La prise d'essai placée dans un autre ballon de 40 ml sera ajustée au même pH par addition de 5 ml de solution tampon et de 1,9 ml de solution d'acide phosphorique si on a prélevé 25 ml ou de 0,75 ml de solution phosphorique, si on a prélevé 10 ml. La suite du dosage est menée comme ci-dessus indiqué.

En utilisant 25 ml de distillat (ce qui correspond à 31,25 ml de vin), la sensibilité est comprise entre 3 et 480 μg d'acide cyanhydrique par litre de vin.

En utilisant 10 ml de distillat (ce qui correspond à 12,5 ml de vin), la sensibilité est comprise entre 8 et 1 200 μg d'acide cyanhydrique par litre de vin.

Ne retenir comme significatives de la présence de composés cyanhydriques dans le vin que les valeurs supérieures à 300 μg/l (ou 0,3 mg/l).

IV. DOSAGE DE TRACES D'ACIDE CYANHYDRIQUE LIBRE

Appareil

L'appareil composé de deux ballons de 1 l reliés par un tube droit de 30 mm de diamètre a été décrit plus haut au paragraphe II.

Mode opératoire

Introduire 4 ml de solution normale d'hydroxyde de sodium dans le ballon B et 50 ml de vin dans le ballon A. Mener la distillation comme il est indiqué au paragraphe II en faisant, comme il y est indiqué, retourner dans le ballon A l'alcool, les aldéhydes, les esters.

Le ballon B est plongé dans de l'eau glacée pendant 5 minutes après avoir démonté l'appareil. Ajouter 6 ml d'acide sulfurique normal et oxyder l'anhydride sulfureux par l'iode (1). Décolorer exactement l'empois par la solution 0,01 N de thiosulfate et distiller l'acide cyanhydrique dans l'appareil à distillation sous la pression normale comme il est indiqué plus haut au paragraphe 1.

Le dosage de l'acide cyanhydrique est pratiqué comme il est indiqué ci-dessus au paragraphe III.

(1) En l'absence d'anhydride sulfureux, cette opération est évidemment inutile.

22. ANHYDRIDE CARBONIQUE (DIOXYDE DE CARBONE)

22.1. PRINCIPE DES MÉTHODES

a) Méthode de référence: Après oxydation à froid de l'anhydride sulfureux par le perhydrol en présence d'ion cuivrique, l'anhydride carbonique déplacé du vin par une solution tampon de phosphate et d'acide phosphorique est entraîné à froid et en circuit fermé par un courant d'air entretenu par une petite pompe de circulation vers une solution d'hydroxyde de baryum titrée. L'excès de cette base est ensuite dosé par une solution titrée d'acide chlorhydrique en présence d'un indicateur mixte thymolphtaléinephénol-phtaléine.

b) Méthode usuelle: En agitant un certain volume de vin dans un flacon de capacité beaucoup plus grande que le volume du vin mis en œuvre, l'anhydride carbonique se dégage en grande partie du vin, jusqu'à l'équilibre des deux phases. La mesure de l'augmentation de pression permet d'évaluer avec une approximation pratiquement suffisante l'anhydride carbonique qui était contenu dans le vin.

22.2 MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

Appareil

Appareil en verre pour extraction du CO_2 en circuit fermé (fig. 1) composé:

— d'un ballon de 250 ml (1) muni d'une boule antiprimage et sur lequel est adaptée une burette (5)

— de 2 barboteurs (2) et (3),

— d'une pompe (4) assurant la circulation de l'air dans le circuit (2 à 10 bulles/sec).

Réactifs

— solution 0,2 N d'hydroxyde de sodium,

— chlorure de baryum en solution à 90 g de $BaCl_2$, 2 H_2O par litre,

— solution d'hydroxyde de baryum: Mélanger 2 volumes de la solution de chlorure de baryum à 90 g/l avec 1 volume de solution 0,2 N d'hydroxyde de sodium.

La quantité de solution consommée par un dosage étant de 150 ml, il est conseillé d'en préparer un volume suffisant (5 l par exemple) et de le conserver dans un récipient muni d'un dispositif de prélèvement à l'abri de l'air.

— solution tampon:

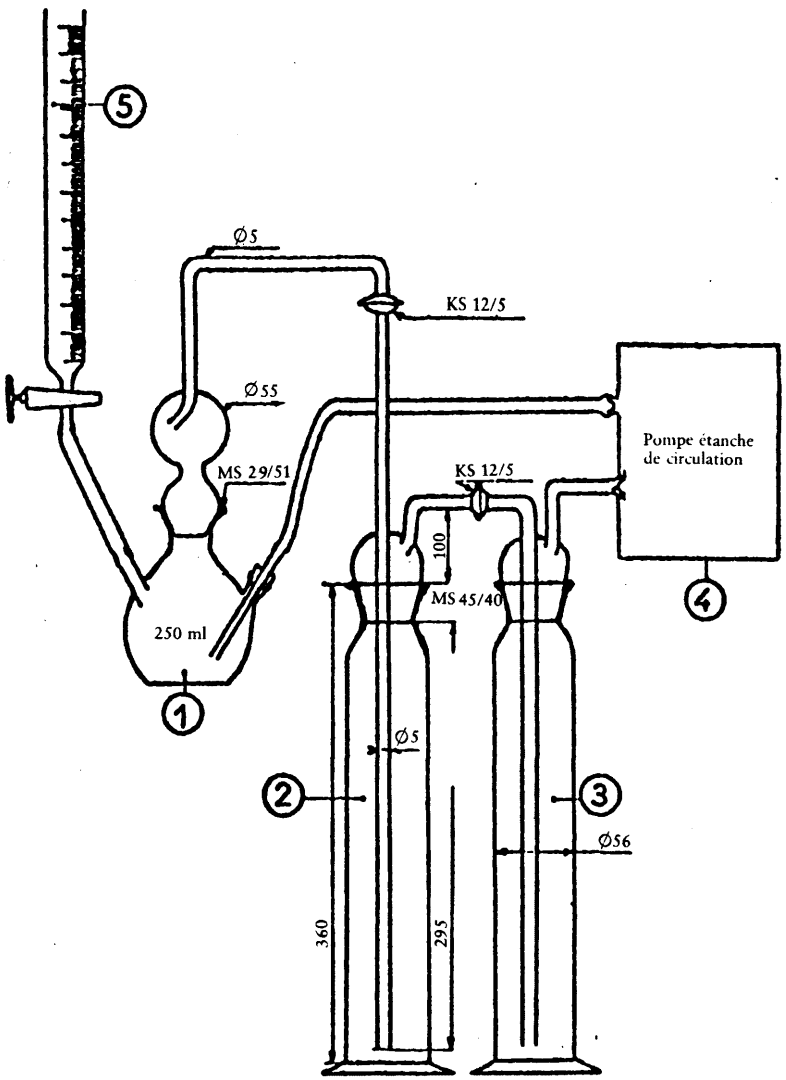
phosphate monosodique NaH_2PO_4, $2H_2O$	400 g,
acide phosphorique H_3PO_4 ($p_20°c = 1,63$)	50 ml,
eau distillée bouillie q.s.p.	1 l;

— lessive de soude à 50 % (p/p):
solution aqueuse (p = 1,525) contenant 50 g d'hydroxyde de sodium dans 100 g de solution.

À utiliser 15 jours après la préparation pour permettre le dépôt du Na_2CO_3 éventuel. Cette solution doit être limpide.

Figure 1

Appareil pour extraction de CO_2 en circuit fermé



— eau oxygénée en solution à 10 volumes:
Cette solution contient 30,4 g de H_2O_2 par litre; elle libère 10 fois son volume d'oxygène par décomposition catalytique par MnO_2 en milieu alcalin.

— sulfate de cuivre $CuSO_4$, 5 H_2O pulvérisé;

— indicateur mixte:

phénolphtaléine	1 g,
thymolphtaléine	0,5 g,
alcool à 96% vol	100 ml.

— acide chlorhydrique 0,2 N.

Mode opératoire

Vins contenant moins de 4 g de CO_2 par litre.

La bouteille de vin doit être maintenue au préalable couchée pendant une nuit au réfrigérateur à 0 °C. Placer dans le barboteur (2) 150 ml exactement mesurés de solution d'hydroxyde de baryum.

Introduire dans le ballon (1) quelques cristaux de sulfate de cuivre et 5 ml d'eau oxygénée à 10 volumes. Au moyen d'un ballon jaugé, préalablement refroidi à 0 °C, prélever 50 ml de vin et les introduire avec précaution dans le ballon (1). Mettre en place le ballon dans le circuit et laisser reposer pendant 10 minutes.

Enclencher la pompe et introduire dans le ballon au moyen de la burette (5) 20 ml de solution tampon. Laisser fonctionner pendant 30 minutes. Arrêter la pompe et prélever dans le barboteur 50 ml de la solution d'hydroxyde de baryum; la titrer avec l'acide chlorhydrique 0,2 N en présence d'indicateur mixte. Soit V_2 le nombre de millilitres versés. Il est indispensable de contrôler chaque jour le titre de la solution d'hydroxyde de baryum sur 150 ml. Soit V_1 le nombre de millilitres d'acide chlorhydrique 0,2 N nécessaire.

Calculs

Teneur du vin en grammes par litre de CO_2

$$(V_1 - 3V_2) \times 0{,}088$$

Vins contenant plus de 4 g de CO_2 par litre.

La bouteille doit être maintenue, couchée, dans un réfrigérateur à 0 °C pendant une nuit. Ouvrir la bouteille avec précaution. Retirer 50 ml de liquide et introduire 50 ml de lessive de soude à 50 % en faisant couler la solution doucement le long de la paroi de la bouteille. Refermer celle-ci immédiatement et homogénéiser son contenu par agitation; la placer ensuite dans un bain d'eau à 20 °C.

Placer dans le barboteur (2) 300 ml exactement mesurés de solution d'hydroxyde de baryum.

Introduire dans le ballon (1) quelques cristaux de sulfate de cuivre et 5 ml d'eau oxygénée à 10 volumes.

Prélever délicatement avec une pipette 50 ml de vin et les introduire dans le ballon. Mettre le ballon en place et laisser reposer 10 minutes. Le volume de vin prélevé devra être réduit à 25 ml si le vin contient plus de 8 g/l d'anhydride carbonique.

Enclencher la pompe et introduire dans le ballon (1), au moyen de la burette (5), 40 ml de solution tampon. Laisser fonctionner pendant 30 minutes.

Arrêter la pompe et prélever dans le barboteur (2) 50 ml de solution d'hydroxyde de baryum. La titrer avec l'acide chlorhydrique 0,2 N en présence d'indicateur mixte. Soit V_2 le nombre de millilitres versés. Soit V_1 le nombre de millilitres d'acide chlorhydrique 0,2 N utilisés pour titrer 150 ml de solution d'hydroxyde de baryum.

Calcul

Mesurer le volume de liquide restant dans la bouteille et y ajouter le volume de la prise d'essai prélevée pour le dosage (50 ou 25 ml). Soit V le volume total ainsi déterminé. Calculer ensuite le facteur de correction f destiné à tenir compte des 50 ml de lessive de soude à 50 % introduits dans la bouteille:

$$f = \frac{V}{V - 50}$$

Si la prise d'essai pour le dosage est de 50 ml, la teneur du vin en grammes d'anhydride carbonique par litre est:

$$(2V_1 - 6V_2) \times 0{,}088 \times f$$

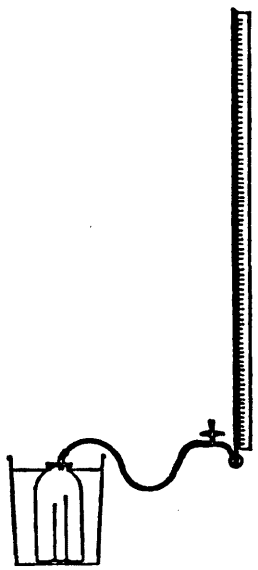
Ce résultat doit être multiplié par 2 si la prise d'essai a été de 25 ml.

22.3. MÉTHODE USUELLE

Appareil

1. Manomètre à eau de 1 m de long et 1,5 à 2 mm de diamètre intérieur; l'ampoule réceptrice est munie d'un robinet pouvant la mettre en liaison avec l'atmosphère. Le manomètre est fixé sur un support vertical muni d'une règle graduée mobile. L'ampoule réceptrice contient environ 3 ml d'eau. Le zéro de la règle mobile doit être placé au même niveau que l'eau dans la tige du manomètre quand le robinet est ouvert.

2. Un flacon de 1 l, muni d'un tube intérieur de 30 mm de diamètre intérieur et de 140 mm de hauteur, collé au fond du flacon. Celui-ci peut être bouché hermétiquement par un bouchon plat à vis muni lui-même d'un tube de 4 mm de diamètre intérieur qui permet de relier de flacon-laboratoire au manomètre par un tube de caoutchouc à parois épaisses de 4 mm de diamètre intérieur et de 60 cm de long. La capacité libre de ce flacon est de 994 ml.



Pour les vins mousseux, les vins et cidres pétillants et la bière, utiliser un flacon de 1 l de même modèle, non muni de tube central. La capacité libre de ce flacon jusqu'au tube scellé au bouchon est de 1 030 ml.

3. Un récipient de 8 à 10 l, comportant un support pour pouvoir y maintenir la bouteille immergée jusqu'au col. Ce seau est rempli d'eau à la température de la pièce. La température de l'eau doit être déterminée à l'aide d'un thermomètre gradué par demi-degré Celsius.

4. Pipettes de 50, de 20, de 10 et de 1 ml à un trait, dont le tube d'écoulement est assez long pour pouvoir atteindre le fond du flacon.

Réactifs

— solution d'hydroxyde de sodium au demi en masses, densité $\frac{20}{20}$ égale à 1,50 à 1,54. Cette soude, qui doit être préparée à l'avance, est exempte de carbonate si elle est limpide.

Munir d'une étiquette rouge « *toxique* » le flacon qui contient cette solution, ce produit étant toxique et très caustique. Pour aspirer les 30 (ou 20) ml prescrits pour les produits riches en gaz carbonique, utiliser une poire aspiratrice. Pour prélever le millilitre de soude, il suffit de plonger la pipette dans cette solution. Ne jamais aspirer avec la bouche ce liquide corrosif.

— acide tartrique en cristaux assez gros: de 2 à 4 mm,

— solution de carbonate de sodium anhydre pur à 4,73 g de Na_2CO_3 par litre.

Cette solution dégage son volume de gaz carbonique par l'action de l'acide tartrique en excès.

Mode opératoire

1. *Vins tranquilles* [1]

Décarboniquer soigneusement 30 à 50 ml de vin sous le vide d'une trompe à eau durant 2 à 3 minutes. À défaut de trompe ou de machine à vide, il suffit d'agiter énergiquement pendant 5 à 10 secondes, 30 à 50 ml de vin dans une bouteille de 1 l.

Transvaser ce vin dans un autre flacon de même capacité et recommencer la même opération. À 2 ou 3 ‰ près, le vin ne contient plus de CO_2.

Verser quelques millilitres de vin décarboniqué dans le flacon-laboratoire. Agiter un instant pour répartir le vin sur toute la paroi du flacon; égoutter sommairement et placer ce flacon dans le bain d'eau après l'avoir bouché. Après 1 ou 2 minutes, le niveau de l'eau dans le manomètre est stable.

[1] En été et pour les vins relativement riches en gaz carbonique, il est prudent de refroidir jusqu'a 10 °C la bouteille contenant l'échantillon de vin avant de la déboucher pour faire le prélèvement.

Le robinet du manomètre étant ouvert, introduire dans le tube central une vingtaine de millilitres de vin décarboniqué, puis 50 ml de vin à doser en faisant plonger la pipette au fond du tube et en évitant un écoulement rapide. Reboucher, fermer le robinet du manomètre et agiter énergiquement 5 à 10 secondes. Après 1 ou 2 minutes de séjour dans le bain d'eau, agiter pendant 2 secondes le flacon et remettre dans le bain. Lire la surpression h dès que le niveau de l'eau dans le manomètre ne varie plus. Noter la température 1 °C du bain.

Calcul : La hauteur de l'eau dans le manomètre en millimètres doit être multipliée par le coefficient F pour avoir la quantité de gaz carbonique exprimée en millilitres de ce gaz par litre de vin.

Ce coefficient F varie de 1,7 à 1,9 suivant la température et la capacité du flacon-laboratoire. Il est fourni par le tableau I deuxième colonne.

Pour exprimer cette teneur en milligrammes par litre de vin, ce résultat doit être multiplié par 1,977.

2. *Vins pétillants, mousseux, bière, etc.*

Avant toute opération, tracer sur le col de la bouteille de vin mousseux un trait indiquant le niveau du vin dans la bouteille. Refroidir la bouteille pleine et bouchée jusqu'à — 4 °C. Aussitôt après le débouchage, on retire 30 ml de vin (1) (la bouteille est supposée contenir environ 80 cl de vin). On introduit immédiatement 30 ml (1) de soude au demi. On rebouche en laissant le minimum de poche d'air, 3 ml environ. On agite immédiatement et on ramène la bouteille à la température ordinaire.

Placer dans le flacon-laboratoire, sans le tube central, 1 ml de soude au demi et 10 ml de vin alcalinisé (cas des vins mousseux) ou 20 ml de vin alcalinisé (cas des vins pétillants). Boucher le flacon et l'agiter pour saturer son atmosphère de vapeurs hydroalcooliques. Abandonner ce flacon dans le bain d'eau et attendre 2 à 3 minutes.

Jeter 4 g d'acide tartrique dans le flacon, le boucher immédiatement et fermer le robinet du manomètre. Agiter énergiquement le flacon pour mélanger le vin et l'acide tartrique. Le vin devient clair, le gaz carbonique se dégage et l'eau monte dans le manomètre. Placer le flacon dans le bain d'eau 1 ou 2 minutes, agiter encore le flacon, le remettre dans le bain d'eau et noter la surpression h sur le manomètre dès que ce niveau est constant. Noter la température 1 °C du bain d'eau.

Après toutes les opérations, on mesurera exactement la quantité Q ml de vin contenu primitivement dans la bouteille, grâce au trait inscrit sur son col avant tout prélèvement.

Calculs: La quantité de gaz carbonique contenu initialement dans le vin est donnée par la formule:

$$X = \frac{Q}{Q - 30\ (1)} \times F \times h \text{ ml } CO_2 \text{ par litre de vin}$$

Q est le volume du vin dans l'échantillon avant toute opération. F est le coefficient donné par le tableau I.

Ce procédé peut être employé pour évaluer le gaz carbonique total dans l'eau, les eaux minérales et les eaux gazéifiées.

Si le flacon dont on dispose n'a pas la capacité prévue sur le tableau I, 3e ligne, on peut calculer le facteur F par la formule:

$$F = \left(BV + \frac{A}{1 + at}\right) \frac{1\,000}{10\,350\,V}$$

B étant le coefficient de solubilité du gaz carbonique dans le vin ou dans l'eau indiqué sur le tableau II,

V étant le volume de vin introduit dans le flacon,

(1) Volume réduit à 20 ml pour les vins pétillants.

TABLEAU I

Coefficient F

Technique	1	2	2	3
Flacon	avec tube central	sans tube central	sans tube central	sans tube central
Capacité du flacon A + V ml	994 ml	1 030 ml	1 030 ml	1 030 ml
Nature du liquide analysé	vin tranquille	vin mousseux	vin, cidre pétillants, bière, eau gazeuse	eau non gazeuse
Volume du liquide introduit V ml	50 ml	10 ml	20 ml	100 ml
10 °C	1,86	9,55	4,77	0,982
11 °C	1,86	9,51	4,75	0,975
12 °C	1,85	9,48	4,73	0,969
13 °C	1,84	9,45	4,72	0,963
14 °C	1,83	9,42	4,70	0,956
15 °C	1,82	9,39	4,68	0,950
16 °C	1,81	9,35	4,67	0,943
17 °C	1,80	9,32	4,65	0,938
18 °C	1,79	9,29	4,64	0,933
19 °C	1,78	9,26	4,62	0,927
20 °C	1,77	9,23	4,61	0,922
21 °C	1,77	9,20	4,60	0,917
22 °C	1,76	9,17	4,58	0,913
23 °C	1,75	9,14	4,56	0,906
24 °C	1,74	9,11	4,55	0,901
25 °C	1,73	9,08	4,53	0,897
26 °C	1,73	9,04	4,51	0,892
27 °C	1,72	9,01	4,50	0,887
28 °C	1,71	8,98	4,49	0,882
29 °C	1,70	8,95	4,47	0,878
30 °C	1,70	8,92	4,46	0,874

A est le volume libre du flacon diminué de V, et dans le cas des vins mousseux de 1 ml de soude au demi et de 2,5 ml, volume des 4 g d'acide tartrique.

Le rapport $\frac{1}{1 + \alpha t}$ est donné dans le tableau II (2e colonne).

Note:

C'est par cette formule qu'ont été calculés les éléments du tableau I valables aussi bien pour l'eau que pour les vins de 10 à 14° secs ou contenant moins de 50 g de sucre par litre, pour les vins tranquilles aussi bien que pour les vins mousseux, les vins et cidres pétillants, les bières, les eaux gazeuses, etc.

Remarque très importante:

Après chaque dosage, il ne faut pas oublier de renouveler l'atmosphère du flacon-laboratoire en le remplissant d'eau complètement, pour chasser le gaz carbonique qui s'y trouvait.

TABLEAU II

Coefficients de solubilité B du CO_2 en litres de CO_2 à 0 °C sous 760 mm Hg par litre d'eau ou de mélanges hydroa lcooliques à la température 1 °C

t °C	$\frac{1}{1+\alpha t}$	B (1) eau	B (2) 10 % vol	B (2) 12 % vol	B (2) 14 % vol	B (2) 10 % vol + 50 g sucre/l
10	0,965	1,194	1,10	1,08	1,05	1,03
11	0,961	1,154	1,06	1,04	1,02	1,00
12	0,958	1,117	1,02	1,00	0,98	0,96
13	0,955	1,083	0,99	0,97	0,95	0,92
14	0,951	1,050	0,95	0,93	0,91	0,89
15	0,948	1,019	0,92	0,90	0,88	0,85
16	0,944	0,985	0,88	0,86	0,84	0,82
17	0,941	0,956	0,85	0,83	0,81	0,79
18	0,938	0,928	0,82	0,80	0,78	0,76
19	0,935	0,902	0,79	0,77	0,75	0,73
20	0,932	0,878	0,76	0,74	0,72	0,71
21	0,929	0,847	0,74	0,72	0,70	0,68
22	0,926	0,820	0,71	0,69	0,66	0,66
23	0,923	0,794	0,69	0,67	0,64	0,63
24	0,920	0,770	0,66	0,64	0,62	0,61
25	0,917	0,759	0,64	0,62	0,60	0,59
26	0,913	0,738	0,62	0,60	0,58	0,57
27	0,910	0,718	0,60	0,58	0,56	0,55
28	0,907	0,700	0,58	0,56	0,54	0,53
29	0,904	0,685	0,56	0,54	0,52	0,51
30	0,901	0,665	0,55	0,53	0,51	0,50

(1) D'après la table de Bohr.
(2) D'après la table d'Agabaliantz.

Contrôle de la méthode

Il est nécessaire de s'exercer avec la solution titrée de carbonate de sodium qui, sous l'action d'un excès d'acide tartrique, dégage son volume de gaz carbonique.

Précision de la méthode

Cette méthode donne des résultats à 3 ou 5 % près, ce qui est suffisant dans la pratique, puisque le gaz carbonique s'échappe très facilement du vin au cours des transvasements, soutirages, etc.

Relation entre la pression et la quantité d'anhydride carbonique continue dans un vin mousseux

La quantité d'anhydride carbonique contenue dans un vin mousseux est donnée par les relations suivantes:

— en litres de CO_2 par litre de vin: $(1 + 0{,}987\ P)\ (0{,}86 - 0{,}01\ A)\ (1 - 0{,}00144\ s)$

— en grammes de CO_2 par litre de vin: $1{,}977\ (1 + 0{,}987\ P)\ (0{,}86 - 0{,}01\ A)\ (1 - 0{,}00144\ s)$

dans lesquelles:

P est la surpression de CO_2 dans le récipient exprimée en bar, à 20 °C,

A est le titre alcoométrique volumique à 20 °C du vin,

s est la teneur du vin en sucre en grammes par litre.

Calcul

Soit P_t la surpression, exprimée en bar, déterminée à la température t au moyen de l'aphromètre. Il faut multiplier P_t par 0,987 (1 bar = 0,987 atmosphère) et ajouter 1 pour obtenir la pression absolue à t °C, soit P_t, exprimée en atmosphères.

À partir du tableau ci-dessous, on calcule Pa_{20}, pression absolue à 20 °C, exprimée en atmosphères.

Pa_{20} est liée à P, surpression à 20 °C exprimée en bar par la relation: $Pa_{20} = 1 + 0{,}987\ P$ à partir de laquelle on peut calculer P.

La quantité d'anhydride carbonique contenue dans un vin mousseux est donnée par les relations suivantes:

— en litres de CO_2 par litre de vin: Pa_{20} (0,86 — 0,01 A) (1 — 0,00144 s)
ou (1 + 0,987 P) (0,86 — 0,01 A) (1 — 0,00144 s)

— en grammes de CO_2 par litre de vin: 1,977 Pa_{20} (0,86 — 0,01 A) (1 — 0,00144 s)
ou 1,977 (1 + 0,987 P) (0,86 — 0,01 A) (1 — 0,00144 s)

Remarques:

1. Si l'atmosphère est graduée en pression absolue et en atmosphères, la pression mesurée est multipliée par le coefficient $\frac{Pa_{20}}{Pa_t}$ donné par le tableau ci-dessous pour la ramener à 20 °C.

2. Si l'atmosphère est graduée en surpression exprimée en atmosphères, il faut ajouter 1 à la mesure avant de faire la correction.

   Dans les deux cas, ayant obtenu Pa_{20}, on peut calculer P, surpression en bar à 20 °C et la quantité d'anhydride carbonique contenue dans le vin exprimée soit en litres de CO_2, soit en grammes de CO_2 par litre de vin.

Rapport de la pression absolue Pa_{20} d'un vin mousseux à 20 °C à la pression absolue Pa_t à une température t °C

t °C	$\frac{Pa_{20}}{Pa_t}$	t °C	$\frac{Pa_{20}}{Pa_t}$	t °C	$\frac{Pa_{20}}{Pa_t}$
— 5	2,44	9	1,50	23	0,90
— 4	2,36	10	1,44	24	0,87
— 3	2,29	11	1,39	25	0,84
— 2	2,21	12	1,34	26	0,81
— 1	2,14	13	1,29	27	0,78
0	2,07	14	1,24	28	0,75
1	2,00	15	1,20	29	0,72
2	1,93	16	1,16	30	0,70
3	1,86	17	1,11	31	0,68
4	1,80	18	1,07	32	0,66
5	1,73	19	1,03	33	0,64
6	1,67	20	1,00	34	0,62
7	1,61	21	0,97	35	0,60
8	1,55	22	0,93		

Note:

Les expressions ci-dessus sont utilisables pour des titres en alcool compris entre 10 et 14% (v/v), et des teneurs en sucres comprises entre 0 et 100 g/l. Étant donné que les vins n'ont pas une composition constante, ces expressions ne peuvent être qu'approchées à 2 à 3 % près.

23. ISOTHIOCYANATE D'ALLYLE

1. Principe de la méthode unique

L'isothyocyanate d'allyle, éventuellement présent dans le vin, récupéré par distillation est identifié par une technique de chromatographie en phase gazeuse.

2. Réactifs

2.1. Éthanol pour analyse

2.2. Solution standard: solution alcoolique d'isothiocyanate d'allyle contenant 15 mg/l de principe actif

2.3. Mélange réfrigérant constitué d'éthanol et de neige carbonique (température —60 °C)

3. Appareils

3.1. Appareil de distillation par entraînement par courant d'azote selon la figure

3.2. Enveloppe chauffante thermo-réglable

3.3. Débitmètre

3.4. Chromatographe en phase gazeuse avec détecteur à spectromètre de flamme muni d'un filtre sélectif pour les composés soufrés ($\lambda = 394$ nm)

3.5. Colonne de chromatographie en acier, diamètre intérieur 3 mm, longueur 3 m; remplie de Carbowax 20 M à 10 % sur chromosorb WHP, 80—100 mesh

3.6. Microseringue de 10 μl

4. Mode opératoire

Prélever 2 l de vin et les placer dans le ballon de distillation. Introduire quelques ml d'éthanol dans les deux tubes de récupération jusqu'à complète immersion de la partie poreuse pour la dispersion gazeuse. Refroidir extérieurement les deux tubes avec le mélange réfrigérant. Relier le ballon aux tubes récepteurs et commencer à envoyer dans l'appareil un courant d'azote d'environ 3 l à l'heure. Réchauffer le vin à 80 °C en réglant la température de l'enceinte chauffante de façon convenable et récupérer au total 45—50 ml de distillat.

Stabiliser le chromatographe; les conditions opératoires suivantes sont conseillées:

— température de l'injecteur: 200 °C,

— température de la colonne: 130 °C,

— gaz vecteur hélium à un débit de 20 ml par minute.

Injecter à l'aide de la microseringue une quantité de solution standard telle que le pic correspondant à l'isothiocyanate d'allyle puisse être facilement identifié sur le chromatogramme.

Injecter de même une partie aliquote du distillat et contrôler la correspondance du temps de rétention de l'isothiocyanate d'allyle et du pic obtenu.

Dans les conditions indiquées pour l'essai, aucun composé naturel du vin ne donne d'interférence correspondant au temps de rétention de la substance recherchée.

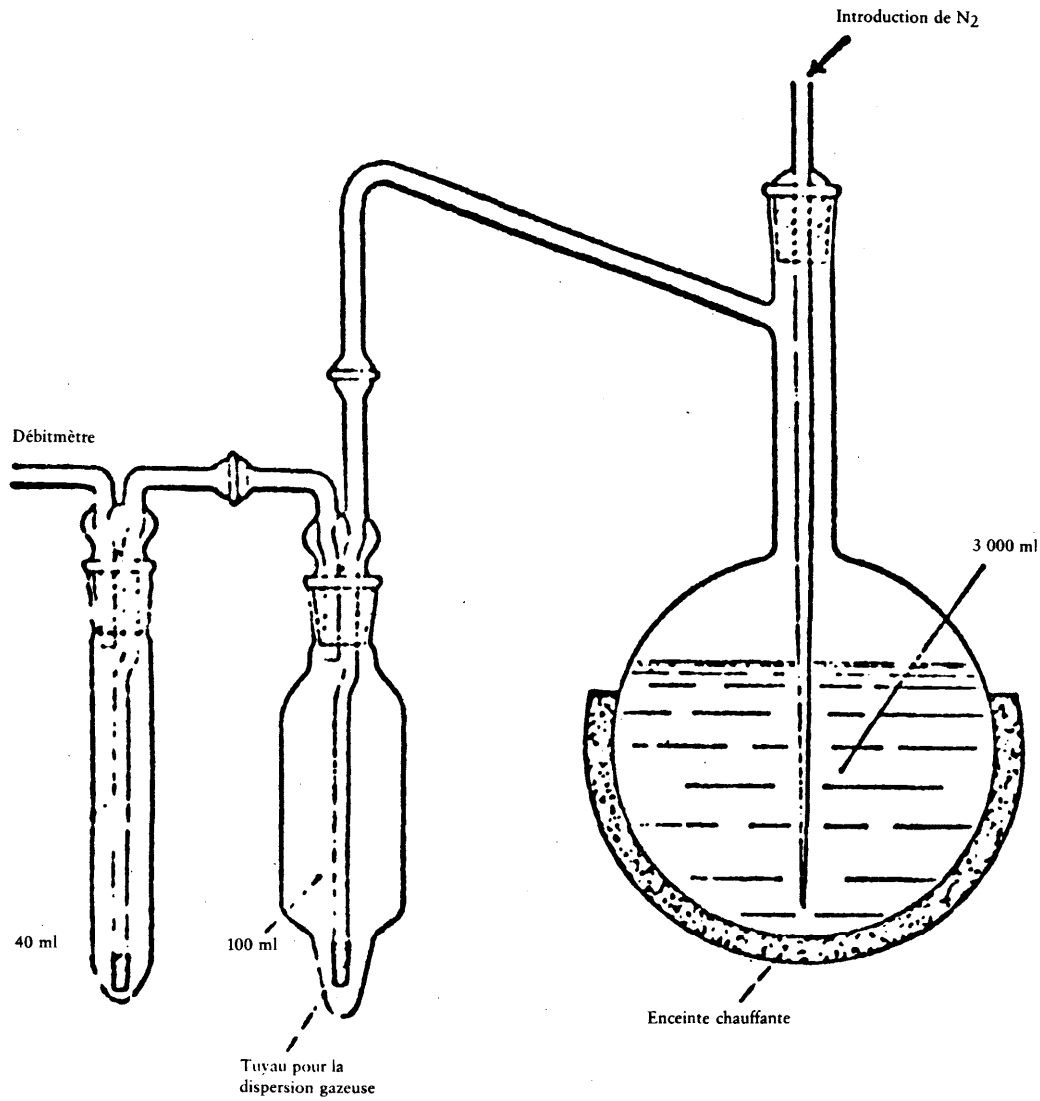


Diagramme 1: Appareil de distillation sous courant d'azote