

Ce document constitue un outil de documentation et n'engage pas la responsabilité des institutions

► **B**

**RÈGLEMENT (CEE) N° 2676/90 DE LA COMMISSION**

**du 17 septembre 1990**

**déterminant des méthodes d'analyse communautaires applicables dans le secteur du vin**

(JO L 272 du 3.10.1990, p. 1)

Modifié par:

|                     |   | Journal officiel |      |           |
|---------------------|---|------------------|------|-----------|
|                     |   | n°               | page | date      |
| ► <b><u>M1</u></b>  | Règlement (CEE) n° 2348/91 de la Commission du 29 juillet 1991              | L 214            | 39   | 2.8.1991  |
| ► <b><u>M2</u></b>  | modifié par le règlement (CE) n° 1932/97 de la Commission du 3 octobre 1997 | L 272            | 10   | 4.10.1997 |
| ► <b><u>M3</u></b>  | Règlement (CEE) n° 2645/92 de la Commission du 11 septembre 1992            | L 266            | 10   | 12.9.1992 |
| ► <b><u>M4</u></b>  | Règlement (CE) n° 60/95 de la Commission du 16 janvier 1995                 | L 11             | 19   | 17.1.1995 |
| ► <b><u>M5</u></b>  | Règlement (CE) n° 69/96 de la Commission du 18 janvier 1996                 | L 14             | 13   | 19.1.1996 |
| ► <b><u>M6</u></b>  | Règlement (CE) n° 822/97 de la Commission du 6 mai 1997                     | L 117            | 10   | 7.5.1997  |
| ► <b><u>M7</u></b>  | Règlement (CE) n° 761/1999 de la Commission du 12 avril 1999                | L 99             | 4    | 14.4.1999 |
| ► <b><u>M8</u></b>  | Règlement (CE) n° 1622/2000 de la Commission du 24 juillet 2000             | L 194            | 1    | 31.7.2000 |
| ► <b><u>M9</u></b>  | modifié par le règlement (CE) n° 1609/2001 de la Commission du 6 août 2001  | L 212            | 9    | 7.8.2001  |
| ► <b><u>M10</u></b> | Règlement (CE) n° 440/2003 de la Commission du 10 mars 2003                 | L 66             | 15   | 11.3.2003 |
| ► <b><u>M11</u></b> | Règlement (CE) n° 128/2004 de la Commission du 23 janvier 2004              | L 19             | 3    | 27.1.2004 |
| ► <b><u>M12</u></b> | Règlement (CE) n° 355/2005 de la Commission du 28 février 2005              | L 56             | 3    | 2.3.2005  |
| ► <b><u>M13</u></b> | Règlement (CE) n° 1293/2005 de la Commission du 5 août 2005                 | L 205            | 12   | 6.8.2005  |



**RÈGLEMENT (CEE) N° 2676/90 DE LA COMMISSION**

**du 17 septembre 1990**

**déterminant des méthodes d'analyse communautaires applicables dans le secteur du vin**

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 822/87 du Conseil, du 16 mars 1987, portant organisation commune du marché viti-vinicole <sup>(1)</sup>, modifié par le règlement (CEE) n° 1325/90 <sup>(2)</sup>, et notamment son article 74,

considérant que l'article 74 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 822/87 prescrit l'adoption des méthodes d'analyse permettant d'établir la composition des produits visés à l'article 1<sup>er</sup> 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, pour autant que la Communauté n'a pas encore établi les limites chiffrées des éléments présents caractérisant l'utilisation de certaines pratiques œnologiques et des tableaux permettant la comparaison des données analytiques, il y a lieu d'autoriser les États membres à déterminer les limites;

considérant que l'article 13 paragraphe 1 du règlement (CEE) n° 822/87 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 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, dans la mesure du possible, 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 publiées par l'Office international de la vigne et du vin dans le *Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins*;

considérant que des méthodes d'analyse communautaires applicables dans le secteur du vin ont été établies par le règlement (CEE) n° 1108/82 de la Commission <sup>(3)</sup>; que, compte tenu du progrès scientifique, il s'est avéré nécessaire de remplacer certaines méthodes par des méthodes plus appropriées, de modifier des méthodes et d'en introduire d'autres notamment celles qui ont été depuis lors approuvées par l'Office international de la vigne et du vin; que, en raison du grand nombre et de la complexité de ces adaptations, il convient de regrouper toutes les méthodes d'analyses dans un nouveau règlement et d'abroger le règlement (CEE) n° 1108/82;

considérant que, pour assurer la comparabilité des résultats obtenus en application des méthodes d'analyse visées à l'article 74 du règlement (CEE) n° 822/87, il convient de se référer, en ce qui concerne la répétabilité et la reproductibilité de ces résultats, aux définitions établies par l'Office international de la vigne et du vin;

considérant que, afin de tenir compte du progrès scientifique d'une part et de l'équipement technique des laboratoires officiels d'autre part et dans le but de rendre le travail de ces laboratoires plus efficace et plus

<sup>(1)</sup> JO n° L 84 du 27. 3. 1987, p. 1.

<sup>(2)</sup> JO n° L 132 du 23. 5. 1990, p. 19.

<sup>(3)</sup> JO n° L 133 du 14. 5. 1982, p. 1.

▼B

rentable, il y a lieu de permettre l'application des méthodes d'analyse automatisées sous certaines conditions; qu'il importe de préciser qu'en cas de litige les méthodes automatisées ne peuvent remplacer les méthodes de référence et les méthodes usuelles;

considérant que les résultats d'un mesurage de la densité par la méthode automatisée basée sur le principe d'un résonateur de flexion sont, quant à leur exactitude, leur répétabilité et leur reproductibilité, au moins égaux aux résultats obtenus par les méthodes figurant au point 1 de l'annexe du présent règlement pour mesurer la masse volumique ou la densité relative; qu'il est donc indiqué, en vertu de l'article 74 paragraphe 3 du règlement (CEE) n° 822/87, de considérer cette méthode automatisée comme équivalente auxdites méthodes figurant dans l'annexe du présent règlement;

considérant que le mode opératoire décrit au chapitre 25 point 2.2.3.3.2 dans l'annexe du présent règlement pour analyser la teneur en dioxyde de soufre total des vins et des moûts à une teneur présumée de moins que 50 mg/l conduit à une meilleure extraction de cette substance par rapport au mode opératoire décrit au chapitre 13 point 13.4 dans l'annexe du règlement (CEE) n° 1108/82; qu'il en résulte des teneurs plus élevées en dioxyde de soufre total des produits analysés qui peuvent dépasser, notamment dans le cas de certains jus de raisins, la limite maximale prescrite; que, afin d'éviter des difficultés pour l'écoulement des jus de raisins déjà élaborés au moment de l'entrée en vigueur du présent règlement et en attendant que les procédés d'élaboration soient adaptés pour conduire à une désulfitation plus complète des moûts de raisins mutés, il y a lieu de permettre pendant une période transitoire que le mode opératoire décrit dans le règlement précité soit encore utilisé;

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. Les méthodes d'analyse communautaires applicables dans le secteur du vin permettant, à l'occasion des transactions commerciales et toute opération de contrôle:

- d'établir la composition des produits visés à l'article 1<sup>er</sup> du règlement (CEE) n° 822/87,
- d'établir si ces produits ont fait l'objet de traitements en violation des pratiques œnologiques autorisées,

sont celles figurant à l'annexe du présent règlement.

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.

*Article 2*

Pour l'application du présent règlement:

- a) la répétabilité représente la valeur au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité spécifiée, la valeur absolue de la différence de deux résultats individuels obtenus à partir de mesures effectuées dans les mêmes conditions (même opérateur, même appareil, même laboratoire, et un court intervalle de temps);
- b) la reproductibilité représente la valeur au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité spécifiée, la valeur absolue de la différence de deux résultats individuels obtenus dans des conditions différentes (opérateurs différents, appareillages différents, et/ou laboratoires différents, et/ou époques différentes).

Le terme «résultat individuel» est la valeur obtenue lorsqu'on applique, une fois et complètement, la méthode d'essai normalisée sur un seul échantillon. En l'absence d'indication, la probabilité est de 95 %.

**▼B***Article 3*

1. Des méthodes d'analyses automatisées sont admises, sous la responsabilité du directeur de laboratoire à la condition que l'exactitude, la répétabilité et la reproductibilité des résultats soient au moins équivalentes à celles des résultats obtenus par les méthodes d'analyses figurant à l'annexe.

En cas de litige, les méthodes figurant à l'annexe ne peuvent pas être remplacées par les méthodes automatisées.

**▼M12****▼B***Article 4*

Lorsqu'il est fait mention d'eau pour les solutions, les dilutions ou les lavages, il s'agit d'eau distillée ou d'eau déminéralisée de pureté au moins équivalente. Tous les produits chimiques doivent être de qualité analytique sauf spécifications contraires.

*Article 5*

Le règlement (CEE) n° 1108/82 est abrogé.

Toutefois l'article 1<sup>er</sup> paragraphe 4 du règlement précité reste applicable jusqu'au 31 décembre 1990.

*Article 6*

Le présent règlement entre en vigueur le jour de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes*.

Il est applicable à partir du 1<sup>er</sup> octobre 1990.

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



ANNEXE

1. MASSE VOLUMIQUE À 20 °C ET DENSITÉ RELATIVE À 20 °C

1. DÉFINITIONS

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 millilitre et son symbole est  $\rho_{20\text{ °C}}$ .

La densité relative à 20 °C ou densité 20 °C/20 °C est le rapport exprimé en nombre décimal, de la masse d'un certain volume de vin ou de moût à 20 °C à la masse du même volume d'eau à la même température. Son symbole est  $d_{20\text{ °C}}^{20\text{ °C}}$ .

2. PRINCIPE DES MÉTHODES

La masse volumique et la densité relative à 20 °C sont déterminées sur l'échantillon pour essai:

soit par pycnométrie: méthode de référence,

soit par aréométrie ou densimétrie par la balance hydrostatique: méthodes usuelles.

*Remarque*

Pour les déterminations très précises, la masse volumique doit être corrigée de l'action du dioxyde de soufre.

$$\rho_{20\text{ °C}} = \rho'_{20\text{ °C}} - 0,0006 \cdot S$$

$\rho_{20\text{ °C}}$  = masse volumique corrigée

$\rho'_{20\text{ °C}}$  = masse volumique observée

S = dioxyde de soufre total en g/l

3. TRAITEMENT PRÉALABLE DE L'ÉCHANTILLON

Si le vin ou le moût contient des quantités notables de dioxyde de carbone, 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 placé dans une allonge.

4. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

4.1. **Appareillage**

Matériel courant de laboratoire, et notamment:

- 4.1.1. Pycnomètre <sup>(1)</sup>, en verre pyrex de 100 ml de capacité environ avec un thermomètre mobile à rodage émeri gradué par dixième de degré de 10 à 30 °C. Ce thermomètre doit être contrôlé (figure 1).

<sup>(1)</sup> Tout pycnomètre de caractéristiques équivalentes peut être employé.

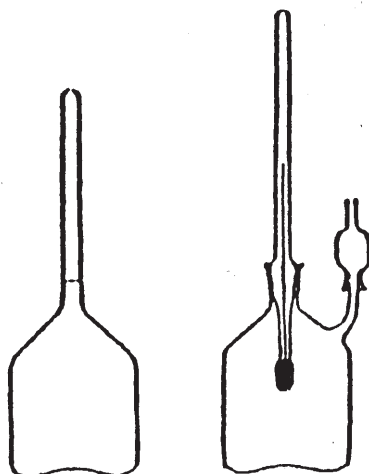
▼B

Figure 1

### Pycnomètre et son flacon tare

Ce pycnomètre comporte un tube latéral de 25 mm de longueur, 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 conique rodé, terminé par une partie effilée. Ce bouchon sert de chambre de dilatation.

Les deux rodages de l'appareil doivent être faits avec un très grand soin.

- 4.1.2. Flacon tare de même volume extérieur (à moins de 1 ml près) que le pycnomètre et de masse égale à la masse du pycnomètre plein d'un liquide de densité 1,01 [solution à 2 pour 100 (m/v) de chlorure de sodium].

Enceinte calorifugée s'adaptant exactement au corps du pycnomètre.

- 4.1.3. Balance à deux plateaux de portée 300 g au moins, sensible au dixième de milligramme

ou

balance monoplateau de portée 200 g au moins, sensible au dixième de milligramme.

### 4.2. Étalonnage du pycnomètre

L'étalonnage du pycnomètre comporte la détermination des caractéristiques suivantes:

- tare à vide,
- volume à 20 °C,
- masse en eau à 20 °C.

#### 4.2.1. Utilisation d'une balance à deux plateaux

Le flacon tare étant placé sur le plateau de gauche de la balance et le pycnomètre propre et sec muni de son «bouchon récepteur» sur le plateau droit, réaliser l'équilibre en plaçant à côté du pycnomètre des masses marquées: soit  $p$  grammes.

Remplir avec soin le pycnomètre avec de l'eau distillée à la température ambiante, mettre en place le thermomètre; essuyer soigneusement le pycnomètre et le placer dans l'enceinte calorifugée; agiter par retournement jusqu'à ce que la température lue sur le thermomètre soit constante. Affleurer exactement au bord supérieur du tube latéral. Essuyer ce tube latéral, placer le bouchon récepteur; lire la température  $t$  °C avec soin et la corriger éventuellement de l'inexactitude de l'échelle du thermomètre. Peser le pycnomètre plein d'eau, soit  $p'$  la masse en grammes qui réalise l'équilibre.

**▼B**

*Calculs* <sup>(1)</sup>

Tare du pycnomètre vide:

Tare à vide = p + m

m = masse d'air contenue dans le pycnomètre

m = 0,0012 (p - p').

Volume à 20 °C:

$V_{20\text{ °C}} = (p + m - p') \cdot F_t$

$F_t$  = facteur relevé dans la table I pour la température t °C

$V_{20\text{ °C}}$  doit être connu à ± 0,001 ml près.

Masse en eau à 20 °C:

$M_{20\text{ °C}} = V_{20\text{ °C}} \cdot 0,998203$

0,998203 = masse volumique de l'eau à 20 °C.

#### 4.2.2. *Utilisation d'une balance monoplateau*

Déterminer:

— la masse du pycnomètre propre et sec: P

— la masse du pycnomètre plein d'eau à t °C:  $P_1$  en suivant les indications décrites en 4.2.1

— la masse du flacon tare  $T_0$

*Calculs* <sup>(1)</sup>

Tare du pycnomètre vide:

Tare à vide: P - m

m = masse d'air contenue dans le pycnomètre

m = 0,0012 ( $P_1 - P$ )

Volume à 20 °C:

$V_{20\text{ °C}} = [P_1 - (P - m)] \cdot F_t$

$F_t$  = facteur relevé dans la table I pour la température t °C.

Le volume à 20 °C doit être connu à ± 0,001 ml près.

Masse en eau à 20 °C:

$M_{20\text{ °C}} = V_{20\text{ °C}} \cdot 0,998203$

0,998203 = masse volumique de l'eau à 20 °C

#### 4.3. **Technique d'une mesure** <sup>(1)</sup>

##### 4.3.1. *Utilisation d'une balance à deux plateaux*

Peser le pycnomètre plein de l'échantillon préparé pour essais (3) en suivant les indications décrites en 4.2.1.

Soit p'' la masse en grammes qui réalise l'équilibre à t °C.

Masse du liquide contenu dans le pycnomètre = p + m - p''

Masse volumique apparente à t °C:

$$\rho_t\text{ °C} = \frac{p + m - p''}{V_{20\text{ °C}}}$$

Calculer la masse volumique à 20 °C 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).

On exprime la densité 20 °C/20 °C du vin en divisant la masse volumique à 20 °C par 0,998203.

##### 4.3.2. *Utilisation d'une balance monoplateau* <sup>(1)</sup>

Peser le flacon tare, soit  $T_1$  sa masse

Calculer dT =  $T_1 - T_0$

<sup>(1)</sup> Un exemple numérique est donné au point 6 du présent chapitre.

**▼B**

Masse du pycnomètre vide au moment de la mesure =  $P - m + dT$

Peser le pycnomètre plein de l'échantillon préparé pour essais (3) en suivant les indications décrites en 4.2.1. Soit  $P_2$  sa masse à  $t$  °C.

Masse du liquide contenu dans le pycnomètre à  $t$  °C =  $P_2 - (P - m + dT)$

Masse volumique apparente à  $t$  °C:

$$\rho_{t \text{ °C}} = \frac{P_2 - (P - m + dT)}{V_{20 \text{ °C}}}$$

Calculer la masse volumique à 20 °C du liquide étudié: vin sec, moût naturel et concentré, vin doux, comme il est indiqué en 4.3.1.

La densité 20 °C/20 °C est obtenue en divisant la masse volumique à 20 °C par 0,998203.

- 4.3.3. Répétabilité sur la masse volumique:  
pour les vins secs et moelleux:  $r = 0,00010$   
pour les vins doux:  $r = 0,00018$
- 4.3.4. Reproductibilité sur la masse volumique:  
pour les vins secs et moelleux:  $R = 0,00037$   
pour les vins doux:  $R = 0,00045$

**▼M8****▼B**

6. EXEMPLE DU CALCUL DE LA MASSE VOLUMIQUE À 20 °C ET DE LA DENSITÉ 20 °C/20 °C (MÉTHODE DE RÉFÉRENCE)

6.1. **Pycnométrie sur balance à deux plateaux**

6.1.1. *Établissement des constantes du pycnomètre*

1. Pesée du pycnomètre propre et sec:

$$\text{Tare} = \text{pycnomètre} + p$$

$$p = 104,9454 \text{ g}$$

2. Pesée du pycnomètre plein d'eau à la température  $t$  °C:

$$\text{Tare} = \text{pycnomètre} + \text{eau} + p'$$

$$p' = 1,2396 \text{ g pour } t = 20,5 \text{ °C}$$

3. Calcul de la masse d'air contenue dans le pycnomètre:

$$m = 0,0012 (p - p')$$

$$m = 0,0012 (104,9454 - 1,2396)$$

$$m = 0,1244 \text{ g}$$

4. Caractéristiques à retenir:

Tare du pycnomètre vide,  $p + m$ :

$$p + m = 104,9454 + 0,1244$$

$$p + m = 105,0698 \text{ g}$$

$$\text{Volume à } 20 \text{ °C} = (p + m - p') \cdot F_{t \text{ °C}}$$

$$F_{20,50 \text{ °C}} = 1,001900$$

$$V_{20 \text{ °C}} = (105,0698 - 1,2396) \cdot 1,001900$$

$$V_{20 \text{ °C}} = 104,0275 \text{ ml}$$

$$\text{Masse en eau à } 20 \text{ °C} = V_{20 \text{ °C}} \cdot 0,998203$$

$$M_{20 \text{ °C}} = 103,8405 \text{ g}$$

- 6.1.2. *Détermination de la masse volumique à 20° C et de la densité 20° C/20° C d'un vin sec*

$$p'' = 1,2622 \text{ à } 17,80 \text{ °C}$$



**▼B**

$$\rho_{17,80\text{ °C}} = \frac{105,0698 - 1,2622}{104,0275}$$

$$\rho_{17,80\text{ °C}} = 0,99788 \text{ g/ml}$$

La table II permet de calculer  $\rho_{20\text{ °C}}$  à partir de  $\rho_{t\text{ °C}}$  à l'aide de la relation:

$$\rho_{20\text{ °C}} = \rho_{t\text{ °C}} \pm \frac{c}{1000}$$

Pour  $t$ : 17,80 °C et pour un titre alcoométrique de 11 % vol., on trouve  $c = 0,54$

$$\rho_{20\text{ °C}} = 0,99788 - \frac{0,54}{1000}$$

$$\rho_{20\text{ °C}} = 0,99734 \text{ g/ml}$$

$$d_{20\text{ °C}}^{20\text{ °C}} = \frac{0,99734}{0,998203} = 0,99913$$

## 6.2. Pycnométrie sur balance monoplateau

### 6.2.1. Établissement des constantes du pycnomètre

1. Pesée du pycnomètre propre et sec:

$$P = 67,7913 \text{ g}$$

2. Pesée du pycnomètre plein d'eau à la température  $t\text{ °C}$ :

$$P_1 = 169,2715 \text{ à } 21,65\text{ °C}$$

3. Calcul de la masse d'air contenue dans le pycnomètre:

$$m = 0,0012 (P_1 - P)$$

$$m = 0,0012 \cdot 101,4802$$

$$m = 0,1218 \text{ g}$$

4. Caractéristiques à retenir:

Tare du pycnomètre vide,  $P - m$ :

$$P - m = 67,7913 - 0,1218$$

$$P - m = 67,6695 \text{ g}$$

$$\text{Volume à } 20\text{ °C} = [P_1 - (P - m)] F_{t\text{ °C}}$$

$$F_{21,65\text{ °C}} = 1,002140$$

$$V_{20\text{ °C}} = (169,2715 - 67,6695) \cdot 1,002140$$

$$V_{20\text{ °C}} = 101,8194 \text{ ml}$$

$$\text{Masse en eau à } 20\text{ °C} = V_{20\text{ °C}} \cdot 0,998203$$

$$M_{20\text{ °C}} = 101,6364 \text{ g}$$

Masse du flacon tare:  $T_0$

$$T_0 = 171,9160 \text{ g}$$

### 6.2.2. Détermination de la masse volumique à 20° C et de la densité 20° C / 20° C d'un vin sec

$$T_1 = 171,9178 \text{ g}$$

$$dT = 171,9178 - 171,9160 = 0,0018 \text{ g}$$

$$P - m + dT = 67,6695 + 0,0018 = 67,6713 \text{ g}$$

$$P_2 = 169,2799 \text{ à } 18\text{ °C}$$

**▼B**

$$\rho_{18\text{ °C}} = \frac{169,2799 - 67,6713}{101,8194}$$

$$\rho_{18\text{ °C}} = 0,99793 \text{ g/ml}$$

La table II permet de calculer  $\rho_{20\text{ °C}}$  à partir de  $\rho_{t\text{ °C}}$  à l'aide de la relation:

$$\rho_{20\text{ °C}} = \rho_{t\text{ °C}} \pm \frac{c}{1000}$$

Pour  $t = 18\text{ °C}$  et un titre alcoométrique de 11 % vol., on trouve  $c = 0,49$

$$\rho_{20\text{ °C}} = 0,99793 - \frac{0,49}{1000}$$

$$\rho_{20\text{ °C}} = 0,99744 \text{ g/ml}$$

$$d_{20\text{ °C}}^{20\text{ °C}} = \frac{0,99744}{0,998203} = 0,99923$$

▼B

**TABLE I**  
**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     | 1,003649 |        |          |
| ,9     | 1,000679 | ,9     | 1,001082 | ,9     | 1,001589 | ,9     | 1,002194 | ,9     | 1,002891 | ,9     | 1,003676 |        |          |





TABLE IV

Corrections c de température sur la masse volumique des vins de 13 % vol. et plus contenant du sucre résiduel mesurée à l'aide d'un pycnomètre en verre pyrex, à t ° pour la ramener à 20 °C

$$p_{20} = p_t \pm \frac{c}{1000} \quad \begin{array}{l} - \text{ si } t^\circ \text{ est inférieur à } 20 \text{ }^\circ\text{C} \\ + \text{ si } t^\circ \text{ est supérieur à } 20 \text{ }^\circ\text{C} \end{array}$$

| Températures en °C | Vins de 13 % vol. |       |       |       |       |       |       | Vins de 15 % vol. |       |       |       |       |       |       | Vins de 17 % vol. |       |       |       |       |       |       |
|--------------------|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                    | Masses volumiques |       |       |       |       |       |       | Masses volumiques |       |       |       |       |       |       | 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 en °C | Vins de 19 % vol. |       |       |       |       |       |       | Vins de 21 % vol. |       |       |       |       |       |       |
|--------------------|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                    | Masses volumiques |       |       |       |       |       |       | 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              | 1,39  | 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  |





TABLE VII

Corrections c de température sur la masse volumique des vins de 13 % vol. et plus contenant du sucre résiduel mesurée à l'aide d'un aréomètre ou d'un pycnomètre en verre ordinaire, à t ° pour la ramener à 20 °C

$$p_{20} = p_t \pm \frac{c}{1000} \quad \begin{array}{l} - \text{ si } t^\circ \text{ est inférieur à } 20 \text{ }^\circ\text{C} \\ + \text{ si } t^\circ \text{ est supérieur à } 20 \text{ }^\circ\text{C} \end{array}$$

| Températures en °C | Vins de 13 % vol. |       |       |       |       |       |       | Vins de 15 % vol. |       |       |       |       |       |       | Vins de 17 % vol. |       |       |       |       |       |       |
|--------------------|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                    | Masses volumiques |       |       |       |       |       |       | Masses volumiques |       |       |       |       |       |       | 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  | 3,85  | 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  | 0,85  | 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              | 1,56  | 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 en °C | Vins de 19 % vol. |       |       |       |       |       |       | Vins de 21 % vol. |       |       |       |       |       |       |
|--------------------|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                    | Masses volumiques |       |       |       |       |       |       | 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  |

**▼B****2. ÉVALUATION DE LA TENEUR EN SUCRES DES MOÛTS, DES MOÛTS CONCENTRÉS ET DES MOÛTS CONCENTRÉS RECTIFIÉS PAR RÉFRACTOMÉTRIE****1. PRINCIPE DE LA MÉTHODE**

L'indice de réfraction à 20 °C, exprimé en indice absolu ou en pourcentage en masse de saccharose, est reporté dans la table correspondante pour obtenir la teneur en sucres en grammes par litre et en grammes par kilogramme des moûts, des moûts concentrés et du moût concentré rectifié.

**2. APPAREILLAGE****2.1. Réfractomètre du type Abbé**

Le réfractomètre utilisé doit être pourvu d'une échelle indiquant:

— soit les pourcentages en masse de saccharose à 0,1 %,

— soit les indices de réfraction avec quatre décimales.

Le réfractomètre doit être pourvu d'un thermomètre dont l'échelle s'étendra au moins de + 15° C à + 25° C et d'un dispositif de circulation d'eau permettant de faire les mesures à une température de 20° C ± 5° C.

Les instructions opératoires de cet instrument doivent être strictement suivies, notamment en ce qui concerne l'étalonnage et la source lumineuse.

**3. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON****3.1. Moûts et moûts concentrés**

Passer les moûts éventuellement à travers une gaze sèche pliée en quatre et, après avoir éliminé les premières gouttes de filtrat, faire la détermination sur le produit filtré.

**3.2. Moûts concentrés rectifiés**

Utiliser, selon sa concentration, soit le moût concentré rectifié, soit la solution obtenue en portant à 500 g, avec de l'eau, 200 g de moût concentré rectifié exactement pesés.

**4. MODE OPÉRATOIRE**

Amener l'échantillon à une température voisine de 20° C. Déposer une petite prise d'essai sur le prisme inférieur du réfractomètre en veillant à ce que, les prismes étant pressés l'un contre l'autre, la prise d'essai couvre uniformément la surface du verre, et effectuer la mesure conformément aux instructions opératoires de l'appareil utilisé.

Lire le pourcentage en masse de saccharose à 0,1 % près ou relever l'indice de réfraction avec quatre décimales.

Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon préparé. Relever la température t° C.

**5. CALCULS****5.1. Correction de température**

5.1.1. Appareils gradués en % en masse de saccharose: utiliser la table I pour la correction de température.

5.1.2. Appareils gradués en indices de réfraction; reporter l'indice mesuré à t° C dans la table II pour obtenir (colonne 1) la valeur correspondante du pourcentage en masse de saccharose à t° C. Cette valeur est corrigée de la température et exprimée à 20° C au moyen de la table I.

**5.2. Teneur en sucres des moûts et des moûts concentrés**

Reporter le pourcentage en masse de saccharose à 20° C dans la table II pour obtenir la teneur en sucres en grammes par litre et en grammes par kilogramme. La teneur en sucres est exprimée en sucre interverti avec une décimale.



## ▼B

5.3. **Teneur en sucres du moût concentré rectifié**

Reporter le pourcentage en masse de saccharose à 20° C dans la table III pour obtenir la teneur en sucres en grammes par litre et en grammes par kilogramme. La teneur en sucres est exprimée en sucre interverti avec une décimale.

Si la mesure a été effectuée sur le moût concentré rectifié dilué, multiplier le résultat par le facteur de dilution.

5.4. **Indice de réfraction des moûts, des moûts concentrés et des moûts concentrés rectifiés**

Reporter le pourcentage en masse de saccharose à 20° C dans la table II pour obtenir l'indice de réfraction à 20° C. Cet indice est exprimé avec quatre décimales.

TABLE I

**Correction à apporter dans le cas où le pourcentage en masse de saccharose a été déterminé à une température différente de 20° C**

| Température en °C | Saccharose en grammes pour 100 g de produit |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|-------------------|---|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
|                   | 5   | 10   | 15   | 20   | 30   | 40   | 50   | 60   | 70   | 75   |
|                   | Soustraire                                  |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
| 15                | 0,25  | 0,27 | 0,31 | 0,31 | 0,34 | 0,35 | 0,36 | 0,37 | 0,36 | 0,36 |
| 16                | 0,21  | 0,23 | 0,27 | 0,27 | 0,29 | 0,31 | 0,31 | 0,32 | 0,31 | 0,23 |
| 17                | 0,16  | 0,18 | 0,20 | 0,20 | 0,22 | 0,23 | 0,23 | 0,23 | 0,20 | 0,17 |
| 18                | 0,11  | 0,12 | 0,14 | 0,15 | 0,16 | 0,16 | 0,15 | 0,12 | 0,12 | 0,09 |
| 19                | 0,06  | 0,07 | 0,08 | 0,08 | 0,08 | 0,09 | 0,09 | 0,08 | 0,07 | 0,05 |
|                   | Additionner                                 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
| 21                | 0,06  | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 |
| 22                | 0,12  | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,14 |
| 23                | 0,18  | 0,20 | 0,20 | 0,21 | 0,21 | 0,21 | 0,21 | 0,22 | 0,22 | 0,22 |
| 24                | 0,24  | 0,26 | 0,26 | 0,27 | 0,28 | 0,28 | 0,28 | 0,28 | 0,29 | 0,29 |
| 25                | 0,30  | 0,32 | 0,32 | 0,34 | 0,36 | 0,36 | 0,36 | 0,36 | 0,36 | 0,37 |

Les variations de la température par rapport à 20° C ne doivent pas dépasser ± 5° C.



TABLE II

Table donnant la teneur en sucres <sup>(1)</sup> des moûts et des moûts concentrés en grammes par litre et en grammes par kilogramme, déterminée au moyen d'un réfractomètre gradué, soit en pourcentage en masse de saccharose à 20 °C, soit en indice de réfraction à 20 °C. La masse volumique à 20 °C est également donnée.

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 10.0                  | 1.34781                            | 1.0390                        | 82.3             | 79.2              | 4,89                             |
| 10.1                  | 1.34798                            | 1.0394                        | 83.4             | 80.2              | 4,95                             |
| 10.2                  | 1.34814                            | 1.0398                        | 84.5             | 81.3              | 5,02                             |
| 10.3                  | 1.34830                            | 1.0402                        | 85.6             | 82.2              | 5,09                             |
| 10.4                  | 1.34845                            | 1.0406                        | 86.6             | 83.2              | 5,14                             |
| 10.5                  | 1.34860                            | 1.0410                        | 87.6             | 84.1              | 5,20                             |
| 10.6                  | 1.34875                            | 1.0414                        | 88.6             | 85.1              | 5,26                             |
| 10.7                  | 1.34890                            | 1.0419                        | 89.7             | 86.1              | 5,33                             |
| 10.8                  | 1.34906                            | 1.0423                        | 90.8             | 87.1              | 5,39                             |
| 10.9                  | 1.34921                            | 1.0427                        | 91.8             | 88.1              | 5,45                             |
| 11.0                  | 1.34936                            | 1.0431                        | 92.9             | 89.1              | 5,52                             |
| 11.1                  | 1.34952                            | 1.0435                        | 94.0             | 90.0              | 5,58                             |
| 11.2                  | 1.34968                            | 1.0439                        | 95.0             | 91.0              | 5,64                             |
| 11.3                  | 1.34984                            | 1.0443                        | 96.1             | 92.0              | 5,71                             |
| 11.4                  | 1.34999                            | 1.0447                        | 97.1             | 92.9              | 5,77                             |
| 11.5                  | 1.35015                            | 1.0452                        | 98.2             | 94.0              | 5,83                             |
| 11.6                  | 1.35031                            | 1.0456                        | 99.3             | 95.0              | 5,90                             |
| 11.7                  | 1.35046                            | 1.0460                        | 100.3            | 95.9              | 5,96                             |
| 11.8                  | 1.35062                            | 1.0464                        | 101.4            | 96.9              | 6,02                             |
| 11.9                  | 1.35077                            | 1.0468                        | 102.5            | 97.9              | 6,09                             |
| 12.0                  | 1.35092                            | 1.0473                        | 103.6            | 98.9              | 6,15                             |
| 12.1                  | 1.35108                            | 1.0477                        | 104.7            | 99.9              | 6,22                             |
| 12.2                  | 1.35124                            | 1.0481                        | 105.7            | 100.8             | 6,28                             |
| 12.3                  | 1.35140                            | 1.0485                        | 106.8            | 101.9             | 6,35                             |
| 12.4                  | 1.35156                            | 1.0489                        | 107.9            | 102.9             | 6,41                             |
| 12.5                  | 1.35172                            | 1.0494                        | 109.0            | 103.8             | 6,47                             |
| 12.6                  | 1.35187                            | 1.0498                        | 110.0            | 104.8             | 6,53                             |
| 12.7                  | 1.35203                            | 1.0502                        | 111.1            | 105.8             | 6,60                             |
| 12.8                  | 1.35219                            | 1.0506                        | 112.2            | 106.8             | 6,66                             |
| 12.9                  | 1.35234                            | 1.0510                        | 113.2            | 107.8             | 6,73                             |
| 13.0                  | 1.35249                            | 1.0514                        | 114.3            | 108.7             | 6,79                             |
| 13.1                  | 1.35266                            | 1.0519                        | 115.4            | 109.7             | 6,86                             |
| 13.2                  | 1.35282                            | 1.0523                        | 116.5            | 110.7             | 6,92                             |
| 13.3                  | 1.35298                            | 1.0527                        | 117.6            | 111.7             | 6,99                             |
| 13.4                  | 1.35313                            | 1.0531                        | 118.6            | 112.6             | 7,05                             |
| 13.5                  | 1.35329                            | 1.0536                        | 119.7            | 113.6             | 7,11                             |
| 13.6                  | 1.35345                            | 1.0540                        | 120.8            | 114.6             | 7,18                             |
| 13.7                  | 1.35360                            | 1.0544                        | 121.8            | 115.6             | 7,24                             |
| 13.8                  | 1.35376                            | 1.0548                        | 122.9            | 116.5             | 7,30                             |
| 13.9                  | 1.35391                            | 1.0552                        | 124.0            | 117.5             | 7,37                             |
| 14.0                  | 1.35407                            | 1.0557                        | 125.1            | 118.5             | 7,43                             |
| 14.1                  | 1.35424                            | 1.0561                        | 126.2            | 119.5             | 7,50                             |
| 14.2                  | 1.35440                            | 1.0565                        | 127.3            | 120.5             | 7,56                             |
| 14.3                  | 1.35456                            | 1.0569                        | 128.4            | 121.5             | 7,63                             |
| 14.4                  | 1.35472                            | 1.0574                        | 129.5            | 122.5             | 7,69                             |
| 14.5                  | 1.35488                            | 1.0578                        | 130.6            | 123.4             | 7,76                             |
| 14.6                  | 1.35503                            | 1.0582                        | 131.6            | 124.4             | 7,82                             |
| 14.7                  | 1.35519                            | 1.0586                        | 132.7            | 125.4             | 7,88                             |
| 14.8                  | 1.35535                            | 1.0591                        | 133.8            | 126.3             | 7,95                             |
| 14.9                  | 1.35551                            | 1.0595                        | 134.9            | 127.3             | 8,01                             |

<sup>(1)</sup> La teneur en sucres est exprimée en sucres intervertis.

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 15.0                  | 1.35567                            | 1.0599                        | 136.0            | 128.3             | 8,08                             |
| 15.1                  | 1.35583                            | 1.0603                        | 137.1            | 129.3             | 8,15                             |
| 15.2                  | 1.35599                            | 1.0608                        | 138.2            | 130.3             | 8,21                             |
| 15.3                  | 1.35615                            | 1.0612                        | 139.3            | 131.3             | 8,27                             |
| 15.4                  | 1.35631                            | 1.0616                        | 140.4            | 132.3             | 8,34                             |
| 15.5                  | 1.35648                            | 1.0621                        | 141.5            | 133.2             | 8,41                             |
| 15.6                  | 1.35664                            | 1.0625                        | 142.6            | 134.2             | 8,47                             |
| 15.7                  | 1.35680                            | 1.0629                        | 143.7            | 135.2             | 8,54                             |
| 15.8                  | 1.35696                            | 1.0633                        | 144.8            | 136.2             | 8,60                             |
| 15.9                  | 1.35712                            | 1.0638                        | 145.9            | 137.2             | 8,67                             |
| 16.0                  | 1.35728                            | 1.0642                        | 147.0            | 138.1             | 8,73                             |
| 16.1                  | 1.35744                            | 1.0646                        | 148.1            | 139.1             | 8,80                             |
| 16.2                  | 1.35760                            | 1.0651                        | 149.2            | 140.1             | 8,86                             |
| 16.3                  | 1.35776                            | 1.0655                        | 150.3            | 141.1             | 8,93                             |
| 16.4                  | 1.35793                            | 1.0660                        | 151.5            | 142.1             | 9,00                             |
| 16.5                  | 1.35809                            | 1.0664                        | 152.6            | 143.1             | 9,06                             |
| 16.6                  | 1.35825                            | 1.0668                        | 153.7            | 144.1             | 9,13                             |
| 16.7                  | 1.35842                            | 1.0672                        | 154.8            | 145.0             | 9,20                             |
| 16.8                  | 1.35858                            | 1.0677                        | 155.9            | 146.0             | 9,26                             |
| 16.9                  | 1.35874                            | 1.0681                        | 157.0            | 147.0             | 9,33                             |
| 17.0                  | 1.35890                            | 1.0685                        | 158.1            | 148.0             | 9,39                             |
| 17.1                  | 1.35907                            | 1.0690                        | 159.3            | 149.0             | 9,46                             |
| 17.2                  | 1.35923                            | 1.0694                        | 160.4            | 150.0             | 9,53                             |
| 17.3                  | 1.35939                            | 1.0699                        | 161.5            | 151.0             | 9,59                             |
| 17.4                  | 1.35955                            | 1.0703                        | 162.6            | 151.9             | 9,66                             |
| 17.5                  | 1.35972                            | 1.0707                        | 163.7            | 152.9             | 9,73                             |
| 17.6                  | 1.35988                            | 1.0711                        | 164.8            | 153.9             | 9,79                             |
| 17.7                  | 1.36004                            | 1.0716                        | 165.9            | 154.8             | 9,86                             |
| 17.8                  | 1.36020                            | 1.0720                        | 167.0            | 155.8             | 9,92                             |
| 17.9                  | 1.36036                            | 1.0724                        | 168.1            | 156.8             | 9,99                             |
| 18.0                  | 1.36053                            | 1.0729                        | 169.3            | 157.8             | 10,06                            |
| 18.1                  | 1.36070                            | 1.0733                        | 170.4            | 158.8             | 10,12                            |
| 18.2                  | 1.36086                            | 1.0738                        | 171.5            | 159.7             | 10,19                            |
| 18.3                  | 1.36102                            | 1.0742                        | 172.6            | 160.7             | 10,25                            |
| 18.4                  | 1.36119                            | 1.0746                        | 173.7            | 161.6             | 10,32                            |
| 18.5                  | 1.36136                            | 1.0751                        | 174.9            | 162.6             | 10,39                            |
| 18.6                  | 1.36152                            | 1.0755                        | 176.0            | 163.6             | 10,46                            |
| 18.7                  | 1.36169                            | 1.0760                        | 177.2            | 164.6             | 10,53                            |
| 18.8                  | 1.36185                            | 1.0764                        | 178.3            | 165.6             | 10,59                            |
| 18.9                  | 1.36201                            | 1.0768                        | 179.4            | 166.6             | 10,66                            |
| 19.0                  | 1.36217                            | 1.0773                        | 180.5            | 167.6             | 10,72                            |
| 19.1                  | 1.36234                            | 1.0777                        | 181.7            | 168.6             | 10,80                            |
| 19.2                  | 1.36251                            | 1.0782                        | 182.8            | 169.5             | 10,86                            |
| 19.3                  | 1.36267                            | 1.0786                        | 183.9            | 170.5             | 10,93                            |
| 19.4                  | 1.36284                            | 1.0791                        | 185.1            | 171.5             | 11,00                            |
| 19.5                  | 1.36301                            | 1.0795                        | 186.3            | 172.5             | 11,07                            |
| 19.6                  | 1.36318                            | 1.0800                        | 187.4            | 173.5             | 11,13                            |
| 19.7                  | 1.36335                            | 1.0804                        | 188.6            | 174.5             | 11,21                            |
| 19.8                  | 1.36351                            | 1.0809                        | 189.7            | 175.5             | 11,27                            |
| 19.9                  | 1.36367                            | 1.0813                        | 190.8            | 176.5             | 11,34                            |

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 20.0                  | 1.36383                            | 1.0817                        | 191.9            | 177.4             | 11,40                            |
| 20.1                  | 1.36400                            | 1.0822                        | 193.1            | 178.4             | 11,47                            |
| 20.2                  | 1.36417                            | 1.0826                        | 194.2            | 179.4             | 11,54                            |
| 20.3                  | 1.36434                            | 1.0831                        | 195.3            | 180.4             | 11,60                            |
| 20.4                  | 1.36451                            | 1.0835                        | 196.5            | 181.4             | 11,67                            |
| 20.5                  | 1.36468                            | 1.0840                        | 197.7            | 182.3             | 11,75                            |
| 20.6                  | 1.36484                            | 1.0844                        | 198.8            | 183.3             | 11,81                            |
| 20.7                  | 1.36501                            | 1.0849                        | 200.0            | 184.3             | 11,88                            |
| 20.8                  | 1.36518                            | 1.0853                        | 201.1            | 185.3             | 11,96                            |
| 20.9                  | 1.36534                            | 1.0857                        | 202.2            | 186.2             | 12,01                            |
| 21.0                  | 1.36550                            | 1.0862                        | 203.3            | 187.2             | 12,08                            |
| 21.1                  | 1.36568                            | 1.0866                        | 204.5            | 188.2             | 12,15                            |
| 21.2                  | 1.36585                            | 1.0871                        | 205.7            | 189.2             | 12,22                            |
| 21.3                  | 1.36601                            | 1.0875                        | 206.8            | 190.2             | 12,29                            |
| 21.4                  | 1.36618                            | 1.0880                        | 207.9            | 191.1             | 12,35                            |
| 21.5                  | 1.36635                            | 1.0884                        | 209.1            | 192.1             | 12,42                            |
| 21.6                  | 1.36652                            | 1.0889                        | 210.3            | 193.1             | 12,49                            |
| 21.7                  | 1.36669                            | 1.0893                        | 211.4            | 194.1             | 12,56                            |
| 21.8                  | 1.36685                            | 1.0897                        | 212.5            | 195.0             | 12,63                            |
| 21.9                  | 1.36702                            | 1.0902                        | 213.6            | 196.0             | 12,69                            |
| 22.0                  | 1.36719                            | 1.0906                        | 214.8            | 196.9             | 12,76                            |
| 22.1                  | 1.36736                            | 1.0911                        | 216.0            | 198.0             | 12,83                            |
| 22.2                  | 1.36753                            | 1.0916                        | 217.2            | 199.0             | 12,90                            |
| 22.3                  | 1.36770                            | 1.0920                        | 218.3            | 199.9             | 12,97                            |
| 22.4                  | 1.36787                            | 1.0925                        | 219.5            | 200.9             | 13,04                            |
| 22.5                  | 1.36804                            | 1.0929                        | 220.6            | 201.8             | 13,11                            |
| 22.6                  | 1.36820                            | 1.0933                        | 221.7            | 202.8             | 13,17                            |
| 22.7                  | 1.36837                            | 1.0938                        | 222.9            | 203.8             | 13,24                            |
| 22.8                  | 1.36854                            | 1.0943                        | 224.1            | 204.8             | 13,31                            |
| 22.9                  | 1.36871                            | 1.0947                        | 225.2            | 205.8             | 13,38                            |
| 23.0                  | 1.36888                            | 1.0952                        | 226.4            | 206.7             | 13,45                            |
| 23.1                  | 1.36905                            | 1.0956                        | 227.6            | 207.7             | 13,52                            |
| 23.2                  | 1.36922                            | 1.0961                        | 228.7            | 208.7             | 13,59                            |
| 23.3                  | 1.36939                            | 1.0965                        | 229.9            | 209.7             | 13,66                            |
| 23.4                  | 1.36956                            | 1.0970                        | 231.1            | 210.7             | 13,73                            |
| 23.5                  | 1.36973                            | 1.0975                        | 232.3            | 211.6             | 13,80                            |
| 23.6                  | 1.36991                            | 1.0979                        | 233.4            | 212.6             | 13,87                            |
| 23.7                  | 1.37008                            | 1.0984                        | 234.6            | 213.6             | 13,94                            |
| 23.8                  | 1.37025                            | 1.0988                        | 235.8            | 214.6             | 14,01                            |
| 23.9                  | 1.37042                            | 1.0993                        | 237.0            | 215.6             | 14,08                            |
| 24.0                  | 1.37059                            | 1.0998                        | 238.2            | 216.6             | 14,15                            |
| 24.1                  | 1.37076                            | 1.1007                        | 239.3            | 217.4             | 14,22                            |
| 24.2                  | 1.37093                            | 1.1011                        | 240.3            | 218.2             | 14,28                            |
| 24.3                  | 1.37110                            | 1.1016                        | 241.6            | 219.4             | 14,35                            |
| 24.4                  | 1.37128                            | 1.1022                        | 243.0            | 220.5             | 14,44                            |
| 24.5                  | 1.37145                            | 1.1026                        | 244.0            | 221.3             | 14,50                            |
| 24.6                  | 1.37162                            | 1.1030                        | 245.0            | 222.1             | 14,56                            |
| 24.7                  | 1.37180                            | 1.1035                        | 246.4            | 223.2             | 14,64                            |
| 24.8                  | 1.37197                            | 1.1041                        | 247.7            | 224.4             | 14,72                            |
| 24.9                  | 1.37214                            | 1.1045                        | 248.7            | 225.2             | 14,78                            |

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 25.0                  | 1.37232                            | 1.1049                        | 249.7            | 226.0             | 14,84                            |
| 25.1                  | 1.37249                            | 1.1053                        | 250.7            | 226.8             | 14,90                            |
| 25.2                  | 1.37266                            | 1.1057                        | 251.7            | 227.6             | 14,96                            |
| 25.3                  | 1.37283                            | 1.1062                        | 253.0            | 228.7             | 15,03                            |
| 25.4                  | 1.37300                            | 1.1068                        | 254.4            | 229.9             | 15,11                            |
| 25.5                  | 1.37317                            | 1.1072                        | 255.4            | 230.7             | 15,17                            |
| 25.6                  | 1.37335                            | 1.1076                        | 256.4            | 231.5             | 15,23                            |
| 25.7                  | 1.37353                            | 1.1081                        | 257.8            | 232.6             | 15,32                            |
| 25.8                  | 1.37370                            | 1.1087                        | 259.1            | 233.7             | 15,39                            |
| 25.9                  | 1.37387                            | 1.1091                        | 260.1            | 234.5             | 15,45                            |
| 26.0                  | 1.37405                            | 1.1095                        | 261.1            | 235.3             | 15,51                            |
| 26.1                  | 1.37423                            | 1.1100                        | 262.5            | 236.4             | 15,60                            |
| 26.2                  | 1.37440                            | 1.1106                        | 263.8            | 237.5             | 15,67                            |
| 26.3                  | 1.37457                            | 1.1110                        | 264.8            | 238.3             | 15,73                            |
| 26.4                  | 1.37475                            | 1.1114                        | 265.8            | 239.2             | 15,79                            |
| 26.5                  | 1.37493                            | 1.1119                        | 267.2            | 240.3             | 15,88                            |
| 26.6                  | 1.37510                            | 1.1125                        | 268.5            | 241.4             | 15,95                            |
| 26.7                  | 1.37528                            | 1.1129                        | 269.5            | 242.2             | 16,01                            |
| 26.8                  | 1.37545                            | 1.1133                        | 270.5            | 243.0             | 16,07                            |
| 26.9                  | 1.37562                            | 1.1138                        | 271.8            | 244.1             | 16,15                            |
| 27.0                  | 1.37580                            | 1.1144                        | 273.2            | 245.2             | 16,23                            |
| 27.1                  | 1.37598                            | 1.1148                        | 274.2            | 246.0             | 16,29                            |
| 27.2                  | 1.37615                            | 1.1152                        | 275.2            | 246.8             | 16,35                            |
| 27.3                  | 1.37632                            | 1.1157                        | 276.5            | 247.9             | 16,43                            |
| 27.4                  | 1.37650                            | 1.1163                        | 277.9            | 249.0             | 16,51                            |
| 27.5                  | 1.37667                            | 1.1167                        | 278.9            | 249.8             | 16,57                            |
| 27.6                  | 1.37685                            | 1.1171                        | 279.9            | 250.6             | 16,63                            |
| 27.7                  | 1.37703                            | 1.1176                        | 281.3            | 251.6             | 16,71                            |
| 27.8                  | 1.37721                            | 1.1182                        | 282.6            | 252.7             | 16,79                            |
| 27.9                  | 1.37739                            | 1.1186                        | 283.6            | 253.5             | 16,85                            |
| 28.0                  | 1.37757                            | 1.1190                        | 284.6            | 254.3             | 16,91                            |
| 28.1                  | 1.37775                            | 1.1195                        | 286.0            | 255.4             | 16,99                            |
| 28.2                  | 1.37793                            | 1.1201                        | 287.3            | 256.5             | 17,07                            |
| 28.3                  | 1.37810                            | 1.1205                        | 288.3            | 257.3             | 17,13                            |
| 28.4                  | 1.37828                            | 1.1209                        | 289.3            | 258.1             | 17,19                            |
| 28.5                  | 1.37846                            | 1.1214                        | 290.7            | 259.2             | 17,27                            |
| 28.6                  | 1.37863                            | 1.1220                        | 292.0            | 260.3             | 17,35                            |
| 28.7                  | 1.37881                            | 1.1224                        | 293.0            | 261.0             | 17,41                            |
| 28.8                  | 1.37899                            | 1.1228                        | 294.0            | 261.8             | 17,47                            |
| 28.9                  | 1.37917                            | 1.1233                        | 295.3            | 262.9             | 17,55                            |
| 29.0                  | 1.37935                            | 1.1239                        | 296.7            | 264.0             | 17,63                            |
| 29.1                  | 1.37953                            | 1.1244                        | 298.1            | 265.1             | 17,71                            |
| 29.2                  | 1.37971                            | 1.1250                        | 299.4            | 266.1             | 17,79                            |
| 29.3                  | 1.37988                            | 1.1254                        | 300.4            | 266.9             | 17,85                            |
| 29.4                  | 1.38006                            | 1.1258                        | 301.4            | 267.7             | 17,91                            |
| 29.5                  | 1.38024                            | 1.1263                        | 302.8            | 268.8             | 17,99                            |
| 29.6                  | 1.38042                            | 1.1269                        | 304.1            | 269.9             | 18,07                            |
| 29.7                  | 1.38060                            | 1.1273                        | 305.1            | 270.6             | 18,13                            |
| 29.8                  | 1.38078                            | 1.1277                        | 306.1            | 271.4             | 18,19                            |
| 29.9                  | 1.38096                            | 1.1282                        | 307.4            | 272.5             | 18,26                            |

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 30.0                  | 1.38114                            | 1.1288                        | 308.8            | 273.6             | 18,35                            |
| 30.1                  | 1.38132                            | 1.1293                        | 310.0            | 274.5             | 18,42                            |
| 30.2                  | 1.38150                            | 1.1298                        | 311.2            | 275.5             | 18,49                            |
| 30.3                  | 1.38168                            | 1.1302                        | 312.4            | 276.4             | 18,56                            |
| 30.4                  | 1.38186                            | 1.1307                        | 313.6            | 277.3             | 18,63                            |
| 30.5                  | 1.38204                            | 1.1312                        | 314.8            | 278.3             | 18,70                            |
| 30.6                  | 1.38222                            | 1.1317                        | 316.0            | 279.2             | 18,77                            |
| 30.7                  | 1.38240                            | 1.1322                        | 317.2            | 280.2             | 18,85                            |
| 30.8                  | 1.38258                            | 1.1327                        | 318.4            | 281.1             | 18,92                            |
| 30.9                  | 1.38276                            | 1.1332                        | 319.6            | 282.0             | 18,99                            |
| 31.0                  | 1.38294                            | 1.1336                        | 320.8            | 283.0             | 19,06                            |
| 31.1                  | 1.38312                            | 1.1341                        | 322.0            | 283.9             | 19,13                            |
| 31.2                  | 1.38330                            | 1.1346                        | 323.2            | 284.9             | 19,20                            |
| 31.3                  | 1.38349                            | 1.1351                        | 324.4            | 285.8             | 19,27                            |
| 31.4                  | 1.38367                            | 1.1356                        | 325.6            | 286.8             | 19,35                            |
| 31.5                  | 1.38385                            | 1.1361                        | 326.8            | 287.7             | 19,42                            |
| 31.6                  | 1.38403                            | 1.1366                        | 328.1            | 288.6             | 19,49                            |
| 31.7                  | 1.38421                            | 1.1371                        | 329.3            | 289.6             | 19,56                            |
| 31.8                  | 1.38440                            | 1.1376                        | 330.5            | 290.5             | 19,64                            |
| 31.9                  | 1.38458                            | 1.1380                        | 331.7            | 291.5             | 19,71                            |
| 32.0                  | 1.38476                            | 1.1385                        | 332.9            | 292.4             | 19,78                            |
| 32.1                  | 1.38494                            | 1.1391                        | 334.2            | 293.4             | 19,86                            |
| 32.2                  | 1.38513                            | 1.1396                        | 335.5            | 294.4             | 19,93                            |
| 32.3                  | 1.38531                            | 1.1401                        | 336.7            | 295.4             | 20,00                            |
| 32.4                  | 1.38550                            | 1.1406                        | 338.0            | 296.4             | 20,08                            |
| 32.5                  | 1.38568                            | 1.1411                        | 339.3            | 297.3             | 20,16                            |
| 32.6                  | 1.38586                            | 1.1416                        | 340.6            | 298.3             | 20,24                            |
| 32.7                  | 1.38605                            | 1.1422                        | 341.9            | 299.3             | 20,31                            |
| 32.8                  | 1.38623                            | 1.1427                        | 343.1            | 300.3             | 20,38                            |
| 32.9                  | 1.38642                            | 1.1432                        | 344.4            | 301.3             | 20,46                            |
| 33.0                  | 1.38660                            | 1.1437                        | 345.7            | 302.3             | 20,54                            |
| 33.1                  | 1.38678                            | 1.1442                        | 346.9            | 303.2             | 20,61                            |
| 33.2                  | 1.38697                            | 1.1447                        | 348.1            | 304.1             | 20,68                            |
| 33.3                  | 1.38715                            | 1.1452                        | 349.3            | 305.0             | 20,75                            |
| 33.4                  | 1.38734                            | 1.1457                        | 350.5            | 305.9             | 20,82                            |
| 33.5                  | 1.38753                            | 1.1461                        | 351.7            | 306.9             | 20,90                            |
| 33.6                  | 1.38771                            | 1.1466                        | 352.9            | 307.8             | 20,97                            |
| 33.7                  | 1.38790                            | 1.1471                        | 354.1            | 308.7             | 21,04                            |
| 33.8                  | 1.38808                            | 1.1476                        | 355.3            | 309.6             | 21,11                            |
| 33.9                  | 1.38827                            | 1.1481                        | 356.5            | 310.5             | 21,18                            |
| 34.0                  | 1.38845                            | 1.1486                        | 357.7            | 311.4             | 21,25                            |
| 34.1                  | 1.38864                            | 1.1491                        | 359.0            | 312.4             | 21,33                            |
| 34.2                  | 1.38882                            | 1.1496                        | 360.3            | 313.4             | 21,41                            |
| 34.3                  | 1.38901                            | 1.1501                        | 361.5            | 314.3             | 21,48                            |
| 34.4                  | 1.38919                            | 1.1506                        | 362.8            | 315.3             | 21,55                            |
| 34.5                  | 1.38938                            | 1.1512                        | 364.1            | 316.3             | 21,63                            |
| 34.6                  | 1.38957                            | 1.1517                        | 365.4            | 317.3             | 21,71                            |
| 34.7                  | 1.38975                            | 1.1522                        | 366.7            | 318.2             | 21,79                            |
| 34.8                  | 1.38994                            | 1.1527                        | 367.9            | 319.2             | 21,86                            |
| 34.9                  | 1.39012                            | 1.1532                        | 369.2            | 320.2             | 21,94                            |

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 35.0                  | 1.39031                            | 1.1537                        | 370.5            | 321.1             | 22,01                            |
| 35.1                  | 1.39050                            | 1.1543                        | 371.8            | 322.1             | 22,09                            |
| 35.2                  | 1.39069                            | 1.1548                        | 373.0            | 323.0             | 22,16                            |
| 35.3                  | 1.39087                            | 1.1553                        | 374.3            | 324.0             | 22,24                            |
| 35.4                  | 1.39106                            | 1.1558                        | 375.6            | 325.0             | 22,32                            |
| 35.5                  | 1.39125                            | 1.1563                        | 376,9            | 325.9             | 22,39                            |
| 35.6                  | 1.39144                            | 1.1568                        | 378.1            | 326.9             | 22,45                            |
| 35.7                  | 1.39163                            | 1.1573                        | 379.4            | 327.8             | 22,54                            |
| 35.8                  | 1.39181                            | 1.1579                        | 380.7            | 328.8             | 22,62                            |
| 35.9                  | 1.39200                            | 1.1584                        | 381.9            | 329.7             | 22,69                            |
| 36.0                  | 1.39219                            | 1.1589                        | 383.2            | 330.7             | 22,77                            |
| 36.1                  | 1.39238                            | 1.1594                        | 384.5            | 331.6             | 22,85                            |
| 36.2                  | 1.39257                            | 1.1599                        | 385.8            | 332.6             | 22,92                            |
| 36.3                  | 1.39276                            | 1.1604                        | 387.0            | 333.5             | 22,99                            |
| 36.4                  | 1.39295                            | 1.1610                        | 388.3            | 334.5             | 23,07                            |
| 36.5                  | 1.39314                            | 1.1615                        | 389.6            | 335.4             | 23,15                            |
| 36.6                  | 1.39332                            | 1.1620                        | 390.9            | 336.4             | 23,22                            |
| 36.7                  | 1.39351                            | 1.1625                        | 392.2            | 337.3             | 23,30                            |
| 36.8                  | 1.39370                            | 1.1630                        | 393.4            | 338.3             | 23,37                            |
| 36.9                  | 1.39389                            | 1.1635                        | 394.7            | 339.2             | 23,45                            |
| 37.0                  | 1.39408                            | 1.1641                        | 396.0            | 340.2             | 23,53                            |
| 37.1                  | 1.39427                            | 1.1646                        | 397.3            | 341.1             | 23,60                            |
| 37.2                  | 1.39446                            | 1.1651                        | 398.6            | 342.1             | 23,68                            |
| 37.3                  | 1.39465                            | 1.1656                        | 399.8            | 343.0             | 23,75                            |
| 37.4                  | 1.39484                            | 1.1661                        | 401.1            | 344.0             | 23,83                            |
| 37.5                  | 1.39504                            | 1.1666                        | 402.4            | 344.9             | 23,91                            |
| 37.6                  | 1.39523                            | 1.1672                        | 403.7            | 345.9             | 23,99                            |
| 37.7                  | 1.39542                            | 1.1677                        | 405.0            | 346.8             | 24,06                            |
| 37.8                  | 1.39561                            | 1.1682                        | 406.2            | 347.7             | 24,13                            |
| 37.9                  | 1.39580                            | 1.1687                        | 407.5            | 348.7             | 24,21                            |
| 38.0                  | 1.39599                            | 1.1692                        | 408.8            | 349.6             | 24,29                            |
| 38.1                  | 1.39618                            | 1.1698                        | 410.1            | 350.6             | 24,37                            |
| 38.2                  | 1.39637                            | 1.1703                        | 411.3            | 351.5             | 24,44                            |
| 38.3                  | 1.39657                            | 1.1708                        | 412.6            | 352.4             | 24,51                            |
| 38.4                  | 1.39676                            | 1.1713                        | 413.9            | 353.4             | 24,59                            |
| 38.5                  | 1.39695                            | 1.1718                        | 415.2            | 354.3             | 24,67                            |
| 38.6                  | 1.39714                            | 1.1723                        | 416.4            | 355.2             | 24,74                            |
| 38.7                  | 1.39733                            | 1.1728                        | 417.7            | 356.1             | 24,82                            |
| 38.8                  | 1.39753                            | 1.1733                        | 419.0            | 357.1             | 24,90                            |
| 38.9                  | 1.39772                            | 1.1739                        | 420.2            | 358.0             | 24,97                            |
| 39.0                  | 1.39791                            | 1.1744                        | 421.5            | 358.9             | 25,04                            |
| 39.1                  | 1.39810                            | 1.1749                        | 422.8            | 359.8             | 25,12                            |
| 39.2                  | 1.39830                            | 1.1754                        | 424.1            | 360.8             | 25,20                            |
| 39.3                  | 1.39849                            | 1.1759                        | 425.3            | 361.7             | 25,27                            |
| 39.4                  | 1.39869                            | 1.1764                        | 426.6            | 362.6             | 25,35                            |
| 39.5                  | 1.39888                            | 1.1770                        | 427.9            | 363.6             | 25,42                            |
| 39.6                  | 1.39907                            | 1.1775                        | 429.2            | 364.5             | 25,50                            |
| 39.7                  | 1.39927                            | 1.1780                        | 430.5            | 365.4             | 25,58                            |
| 39.8                  | 1.39946                            | 1.1785                        | 431.7            | 366.3             | 25,65                            |
| 39.9                  | 1.39966                            | 1.1790                        | 433.0            | 367.3             | 25,73                            |

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 40.0                  | 1.39985                            | 1.1796                        | 434.3            | 368.2             | 25,80                            |
| 40.1                  | 1.40004                            | 1.1801                        | 435.6            | 369.2             | 25,88                            |
| 40.2                  | 1.40024                            | 1.1806                        | 437.0            | 370.1             | 25,96                            |
| 40.3                  | 1.40043                            | 1.1812                        | 438.3            | 371.1             | 26,04                            |
| 40.4                  | 1.40063                            | 1.1817                        | 439.7            | 372.1             | 26,12                            |
| 40.5                  | 1.40083                            | 1.1823                        | 441.0            | 373.0             | 26,20                            |
| 40.6                  | 1.40102                            | 1.1828                        | 442.3            | 374.0             | 26,28                            |
| 40.7                  | 1.40122                            | 1.1833                        | 443.7            | 374.9             | 26,36                            |
| 40.8                  | 1.40141                            | 1.1839                        | 445.0            | 375.9             | 26,44                            |
| 40.9                  | 1.40161                            | 1.1844                        | 446.4            | 376.9             | 26,52                            |
| 41.0                  | 1.40180                            | 1.1850                        | 447.7            | 377.8             | 26,60                            |
| 41.1                  | 1.40200                            | 1.1855                        | 449.0            | 378.7             | 26,68                            |
| 41.2                  | 1.40219                            | 1.1860                        | 450.2            | 379.6             | 26,75                            |
| 41.3                  | 1.40239                            | 1.1865                        | 451.5            | 380.5             | 26,83                            |
| 41.4                  | 1.40259                            | 1.1870                        | 452.8            | 381.4             | 26,90                            |
| 41.5                  | 1.40279                            | 1.1875                        | 454.1            | 382.3             | 26,98                            |
| 41.6                  | 1.40298                            | 1.1881                        | 455.3            | 383.2             | 27,05                            |
| 41.7                  | 1.40318                            | 1.1886                        | 456.6            | 384.2             | 27,13                            |
| 41.8                  | 1.40338                            | 1.1891                        | 457.9            | 385.1             | 27,21                            |
| 41.9                  | 1.40357                            | 1.1896                        | 459.1            | 386.0             | 27,28                            |
| 42.0                  | 1.40377                            | 1.1901                        | 460.4            | 386.9             | 27,35                            |
| 42.1                  | 1.40397                            | 1.1907                        | 461.7            | 387.8             | 27,43                            |
| 42.2                  | 1.40417                            | 1.1912                        | 463.1            | 388.8             | 27,52                            |
| 42.3                  | 1.40436                            | 1.1917                        | 464.4            | 389.7             | 27,59                            |
| 42.4                  | 1.40456                            | 1.1923                        | 465.8            | 390.7             | 27,68                            |
| 42.5                  | 1.40476                            | 1.1928                        | 467.2            | 391.6             | 27,76                            |
| 42.6                  | 1.40496                            | 1.1934                        | 468.5            | 392.6             | 27,84                            |
| 42.7                  | 1.40516                            | 1.1939                        | 469.9            | 393.5             | 27,92                            |
| 42.8                  | 1.40535                            | 1.1945                        | 471.2            | 394.5             | 28,00                            |
| 42.9                  | 1.40555                            | 1.1950                        | 472.6            | 395.4             | 28,08                            |
| 43.0                  | 1.40575                            | 1.1956                        | 473.9            | 396.4             | 28,16                            |
| 43.1                  | 1.40595                            | 1.1961                        | 475.2            | 397.3             | 28,23                            |
| 43.2                  | 1.40615                            | 1.1967                        | 476.6            | 398.3             | 28,32                            |
| 43.3                  | 1.40635                            | 1.1972                        | 477.9            | 399.2             | 28,40                            |
| 43.4                  | 1.40655                            | 1.1977                        | 479.3            | 400.1             | 28,48                            |
| 43.5                  | 1.40675                            | 1.1983                        | 480.6            | 401.1             | 28,56                            |
| 43.6                  | 1.40695                            | 1.1988                        | 481.9            | 402.0             | 28,63                            |
| 43.7                  | 1.40715                            | 1.1994                        | 483.3            | 402.9             | 28,72                            |
| 43.8                  | 1.40735                            | 1.1999                        | 484.6            | 403.9             | 28,79                            |
| 43.9                  | 1.40755                            | 1.2005                        | 486.0            | 404.8             | 28,88                            |
| 44.0                  | 1.40775                            | 1.2010                        | 487.3            | 405.7             | 28,95                            |
| 44.1                  | 1.40795                            | 1.2015                        | 488.6            | 406.7             | 29,03                            |
| 44.2                  | 1.40815                            | 1.2021                        | 490.0            | 407.6             | 29,11                            |
| 44.3                  | 1.40836                            | 1.2026                        | 491.3            | 408.5             | 29,19                            |
| 44.4                  | 1.40856                            | 1.2032                        | 492.7            | 409.5             | 29,27                            |
| 44.5                  | 1.40876                            | 1.2037                        | 494.0            | 410.4             | 29,35                            |
| 44.6                  | 1.40896                            | 1.2042                        | 495.3            | 411.3             | 29,43                            |
| 44.7                  | 1.40916                            | 1.2048                        | 496.7            | 412.3             | 29,51                            |
| 44.8                  | 1.40937                            | 1.2053                        | 498.0            | 413.2             | 29,59                            |
| 44.9                  | 1.40957                            | 1.2059                        | 499.4            | 414.1             | 29,67                            |



## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 45.0                  | 1.40977                            | 1.2064                        | 500.7            | 415.0             | 29,75                            |
| 45.1                  | 1.40997                            | 1.2070                        | 502.1            | 416.0             | 29,83                            |
| 45.2                  | 1.41018                            | 1.2076                        | 503.5            | 417.0             | 29,92                            |
| 45.3                  | 1.41038                            | 1.2081                        | 504.9            | 417.9             | 30,00                            |
| 45.4                  | 1.41058                            | 1.2087                        | 506.3            | 418.9             | 30,08                            |
| 45.5                  | 1.41079                            | 1.2093                        | 507.8            | 419.9             | 30,17                            |
| 45.6                  | 1.41099                            | 1.2098                        | 509.2            | 420.9             | 30,25                            |
| 45.7                  | 1.41119                            | 1.2104                        | 510.6            | 421.8             | 30,34                            |
| 45.8                  | 1.41139                            | 1.2110                        | 512.0            | 422.8             | 30,42                            |
| 45.9                  | 1.41160                            | 1.2115                        | 513.4            | 423.7             | 30,50                            |
| 46.0                  | 1.41180                            | 1.2121                        | 514.8            | 424.7             | 30,59                            |
| 46.1                  | 1.41200                            | 1.2127                        | 516.1            | 425.6             | 30,66                            |
| 46.2                  | 1.41221                            | 1.2132                        | 517.5            | 426.5             | 30,75                            |
| 46.3                  | 1.41241                            | 1.2137                        | 518.8            | 427.5             | 30,82                            |
| 46.4                  | 1.41262                            | 1.2143                        | 520.2            | 428.4             | 30,91                            |
| 46.5                  | 1.41282                            | 1.2148                        | 521.5            | 429.3             | 30,99                            |
| 46.6                  | 1.41302                            | 1.2154                        | 522.8            | 430.2             | 31,06                            |
| 46.7                  | 1.41323                            | 1.2159                        | 524.2            | 431.1             | 31,15                            |
| 46.8                  | 1.41343                            | 1.2165                        | 525.5            | 432.0             | 31,22                            |
| 46.9                  | 1.41364                            | 1.2170                        | 526.9            | 432.9             | 31,31                            |
| 47.0                  | 1.41384                            | 1.2175                        | 528.2            | 433.8             | 31,38                            |
| 47.1                  | 1.41405                            | 1.2181                        | 529.6            | 434.8             | 31,47                            |
| 47.2                  | 1.41425                            | 1.2187                        | 531.0            | 435.7             | 31,55                            |
| 47.3                  | 1.41446                            | 1.2192                        | 532.4            | 436.7             | 31,63                            |
| 47.4                  | 1.41466                            | 1.2198                        | 533.8            | 437.6             | 31,72                            |
| 47.5                  | 1.41487                            | 1.2204                        | 535.3            | 438.6             | 31,81                            |
| 47.6                  | 1.41508                            | 1.2210                        | 536.7            | 439.5             | 31,89                            |
| 47.7                  | 1.41528                            | 1.2215                        | 538.1            | 440.5             | 31,97                            |
| 47.8                  | 1.41549                            | 1.2221                        | 539.5            | 441.4             | 32,05                            |
| 47.9                  | 1.41569                            | 1.2227                        | 540.9            | 442.4             | 32,14                            |
| 48.0                  | 1.41590                            | 1.2232                        | 542.3            | 443.3             | 32,22                            |
| 48.1                  | 1.41611                            | 1.2238                        | 543.6            | 444.2             | 32,30                            |
| 48.2                  | 1.41632                            | 1.2243                        | 545.0            | 445.1             | 32,38                            |
| 48.3                  | 1.41652                            | 1.2249                        | 546.3            | 446.0             | 32,46                            |
| 48.4                  | 1.41673                            | 1.2254                        | 547.7            | 446.9             | 32,59                            |
| 48.5                  | 1.41694                            | 1.2260                        | 549.1            | 447.8             | 32,63                            |
| 48.6                  | 1.41715                            | 1.2265                        | 550.4            | 448.7             | 32,70                            |
| 48.7                  | 1.41736                            | 1.2271                        | 551.8            | 449.7             | 32,79                            |
| 48.8                  | 1.41756                            | 1.2276                        | 553.1            | 450.6             | 32,86                            |
| 48.9                  | 1.41777                            | 1.2282                        | 554.5            | 451.4             | 32,95                            |
| 49.0                  | 1.41798                            | 1.2287                        | 555.8            | 452.3             | 33,02                            |
| 49.1                  | 1.41819                            | 1.2293                        | 557.2            | 453.3             | 33,11                            |
| 49.2                  | 1.41840                            | 1.2298                        | 558.6            | 454.2             | 33,19                            |
| 49.3                  | 1.41861                            | 1.2304                        | 560.0            | 455.1             | 33,27                            |
| 49.4                  | 1.41882                            | 1.2310                        | 561.4            | 456.1             | 33,36                            |
| 49.5                  | 1.41903                            | 1.2315                        | 562.8            | 457.0             | 33,44                            |
| 49.6                  | 1.41924                            | 1.2321                        | 564.2            | 457.9             | 33,52                            |
| 49.7                  | 1.41945                            | 1.2327                        | 565.6            | 458.8             | 33,61                            |
| 49.8                  | 1.41966                            | 1.2332                        | 567.0            | 459.8             | 33,69                            |
| 49.9                  | 1.41987                            | 1.2338                        | 568.4            | 460.7             | 33,77                            |

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 50.0                  | 1.42008                            | 1.2344                        | 569.8            | 461.6             | 33,86                            |
| 50.1                  | 1.42029                            | 1.2349                        | 571.2            | 462.5             | 33,94                            |
| 50.2                  | 1.42050                            | 1.2355                        | 572.6            | 463.5             | 34,02                            |
| 50.3                  | 1.42071                            | 1.2361                        | 574.0            | 464.4             | 34,10                            |
| 50.4                  | 1.42092                            | 1.2366                        | 575.4            | 465.3             | 34,19                            |
| 50.5                  | 1.42114                            | 1.2372                        | 576.9            | 466.2             | 34,28                            |
| 50.6                  | 1.42135                            | 1.2378                        | 578.3            | 467.2             | 34,36                            |
| 50.7                  | 1.42156                            | 1.2384                        | 579.7            | 468.1             | 34,44                            |
| 50.8                  | 1.42177                            | 1.2389                        | 581.1            | 469.0             | 34,53                            |
| 50.9                  | 1.42198                            | 1.2395                        | 582.5            | 469.9             | 34,61                            |
| 51.0                  | 1.42219                            | 1.2401                        | 583.9            | 470.9             | 34,69                            |
| 51.1                  | 1.42240                            | 1.2407                        | 585.4            | 471.8             | 34,78                            |
| 51.2                  | 1.42261                            | 1.2413                        | 586.9            | 472.8             | 34,87                            |
| 51.3                  | 1.42283                            | 1.2419                        | 588.3            | 473.8             | 34,95                            |
| 51.4                  | 1.42304                            | 1.2425                        | 589.8            | 474.7             | 35,04                            |
| 51.5                  | 1.42325                            | 1.2431                        | 591.3            | 475.7             | 35,13                            |
| 51.6                  | 1.42346                            | 1.2437                        | 592.8            | 476.6             | 35,22                            |
| 51.7                  | 1.42367                            | 1.2443                        | 594.3            | 477.6             | 35,31                            |
| 51.8                  | 1.42389                            | 1.2449                        | 595.7            | 478.6             | 35,39                            |
| 51.9                  | 1.42410                            | 1.2455                        | 597.2            | 479.5             | 35,48                            |
| 52.0                  | 1.42431                            | 1.2461                        | 598.7            | 480.5             | 35,57                            |
| 52.1                  | 1.42452                            | 1.2466                        | 600.1            | 481.4             | 35,65                            |
| 52.2                  | 1.42474                            | 1.2472                        | 601.5            | 482.3             | 35,74                            |
| 52.3                  | 1.42495                            | 1.2478                        | 602.9            | 483.2             | 35,82                            |
| 52.4                  | 1.42517                            | 1.2483                        | 604.3            | 484.1             | 35,91                            |
| 52.5                  | 1.42538                            | 1.2489                        | 605.8            | 485.0             | 35,99                            |
| 52.6                  | 1.42559                            | 1.2495                        | 607.2            | 485.9             | 36,08                            |
| 52.7                  | 1.42581                            | 1.2500                        | 608.6            | 486.8             | 36,16                            |
| 52.8                  | 1.42602                            | 1.2506                        | 610.0            | 487.7             | 36,24                            |
| 52.9                  | 1.42624                            | 1.2512                        | 611.4            | 488.6             | 36,33                            |
| 53.0                  | 1.42645                            | 1.2518                        | 612.8            | 489.6             | 36,41                            |
| 53.1                  | 1.42666                            | 1.2524                        | 614.3            | 490.5             | 36,50                            |
| 53.2                  | 1.42686                            | 1.2530                        | 615.8            | 491.4             | 36,59                            |
| 53.3                  | 1.42707                            | 1.2536                        | 617.2            | 492.4             | 36,67                            |
| 53.4                  | 1.42727                            | 1.2542                        | 618.7            | 493.3             | 36,76                            |
| 53.5                  | 1.42748                            | 1.2548                        | 620.2            | 494.3             | 36,85                            |
| 53.6                  | 1.42769                            | 1.2554                        | 621.7            | 495.2             | 36,94                            |
| 53.7                  | 1.42789                            | 1.2560                        | 623.2            | 496.2             | 37,03                            |
| 53.8                  | 1.42810                            | 1.2566                        | 624.6            | 497.1             | 37,11                            |
| 53.9                  | 1.42830                            | 1.2571                        | 626.1            | 498.0             | 37,20                            |
| 54.0                  | 1.42851                            | 1.2577                        | 627.6            | 499.0             | 37,29                            |
| 54.1                  | 1.42874                            | 1.2583                        | 629.0            | 499.9             | 37,37                            |
| 54.2                  | 1.42897                            | 1.2589                        | 630.4            | 500.8             | 37,45                            |
| 54.3                  | 1.42919                            | 1.2595                        | 631.8            | 501.7             | 37,54                            |
| 54.4                  | 1.42942                            | 1.2600                        | 633.2            | 502.6             | 37,62                            |
| 54.5                  | 1.42965                            | 1.2606                        | 634.7            | 503.5             | 37,71                            |
| 54.6                  | 1.42988                            | 1.2612                        | 636.1            | 504.3             | 37,79                            |
| 54.7                  | 1.43011                            | 1.2617                        | 637.5            | 505.2             | 37,88                            |
| 54.8                  | 1.43033                            | 1.2623                        | 638.9            | 506.1             | 37,96                            |
| 54.9                  | 1.43056                            | 1.2629                        | 640.3            | 507.0             | 38,04                            |

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 55.0                  | 1.43079                            | 1.2635                        | 641.7            | 507.9             | 38,11                            |
| 55.1                  | 1.43101                            | 1.2640                        | 643.2            | 508.8             | 38,22                            |
| 55.2                  | 1.43123                            | 1.2646                        | 644.6            | 509.7             | 38,30                            |
| 55.3                  | 1.43145                            | 1.2652                        | 646.1            | 510.7             | 38,39                            |
| 55.4                  | 1.43167                            | 1.2658                        | 647.6            | 511.6             | 38,48                            |
| 55.5                  | 1.43189                            | 1.2664                        | 649.1            | 512.5             | 38,57                            |
| 55.6                  | 1.43210                            | 1.2670                        | 650.5            | 513.4             | 38,65                            |
| 55.7                  | 1.43232                            | 1.2676                        | 652.0            | 514.3             | 38,74                            |
| 55.8                  | 1.43254                            | 1.2682                        | 653.5            | 515.3             | 38,83                            |
| 55.9                  | 1.43276                            | 1.2688                        | 654.9            | 516.2             | 38,91                            |
| 56.0                  | 1.43298                            | 1.2694                        | 656.4            | 517.1             | 39,00                            |
| 56.1                  | 1.43320                            | 1.2700                        | 657.9            | 518.0             | 39,09                            |
| 56.2                  | 1.43342                            | 1.2706                        | 659.4            | 518.9             | 39,18                            |
| 56.3                  | 1.43364                            | 1.2712                        | 660.8            | 519.9             | 39,26                            |
| 56.4                  | 1.43386                            | 1.2718                        | 662.3            | 520.8             | 39,35                            |
| 56.5                  | 1.43409                            | 1.2724                        | 663.8            | 521.7             | 39,44                            |
| 56.6                  | 1.43431                            | 1.2730                        | 665.3            | 522.6             | 39,53                            |
| 56.7                  | 1.43453                            | 1.2736                        | 666.8            | 523.5             | 39,62                            |
| 56.8                  | 1.43475                            | 1.2742                        | 668.2            | 524.4             | 39,70                            |
| 56.9                  | 1.43497                            | 1.2748                        | 669.7            | 525.4             | 39,79                            |
| 57.0                  | 1.43519                            | 1.2754                        | 671.2            | 526.3             | 39,88                            |
| 57.1                  | 1.43541                            | 1.2760                        | 672.7            | 527.2             | 39,97                            |
| 57.2                  | 1.43563                            | 1.2766                        | 674.3            | 528.2             | 40,06                            |
| 57.3                  | 1.43586                            | 1.2773                        | 675.8            | 529.1             | 40,15                            |
| 57.4                  | 1.43608                            | 1.2779                        | 677.4            | 530.1             | 40,25                            |
| 57.5                  | 1.43630                            | 1.2785                        | 678.9            | 531.0             | 40,34                            |
| 57.6                  | 1.43652                            | 1.2791                        | 680.4            | 532.0             | 40,43                            |
| 57.7                  | 1.43674                            | 1.2797                        | 682.0            | 532.9             | 40,52                            |
| 57.8                  | 1.43697                            | 1.2804                        | 683.5            | 533.8             | 40,61                            |
| 57.9                  | 1.43719                            | 1.2810                        | 685.1            | 534.8             | 40,70                            |
| 58.0                  | 1.43741                            | 1.2816                        | 686.6            | 535.7             | 40,80                            |
| 58.1                  | 1.43763                            | 1.2822                        | 688.1            | 536.6             | 40,88                            |
| 58.2                  | 1.43786                            | 1.2828                        | 689.6            | 537.5             | 40,97                            |
| 58.3                  | 1.43808                            | 1.2834                        | 691.0            | 538.4             | 41,06                            |
| 58.4                  | 1.43831                            | 1.2840                        | 692.5            | 539.3             | 41,14                            |
| 58.5                  | 1.43854                            | 1.2846                        | 694.0            | 540.2             | 41,23                            |
| 58.6                  | 1.43876                            | 1.2852                        | 695.5            | 541.1             | 41,32                            |
| 58.7                  | 1.43899                            | 1.2858                        | 697.0            | 542.0             | 41,41                            |
| 58.8                  | 1.43921                            | 1.2864                        | 698.4            | 542.9             | 41,50                            |
| 58.9                  | 1.43944                            | 1.2870                        | 699.9            | 543.8             | 41,58                            |
| 59.0                  | 1.43966                            | 1.2876                        | 701.4            | 544.7             | 41,67                            |
| 59.1                  | 1.43989                            | 1.2882                        | 702.9            | 545.7             | 41,76                            |
| 59.2                  | 1.44011                            | 1.2888                        | 704.5            | 546.6             | 41,86                            |
| 59.3                  | 1.44034                            | 1.2895                        | 706.0            | 547.5             | 41,95                            |
| 59.4                  | 1.44056                            | 1.2901                        | 707.6            | 548.5             | 42,04                            |
| 59.5                  | 1.44079                            | 1.2907                        | 709.1            | 549.4             | 42,13                            |
| 59.6                  | 1.44102                            | 1.2913                        | 710.6            | 550.3             | 42,22                            |
| 59.7                  | 1.44124                            | 1.2920                        | 712.2            | 551.2             | 42,32                            |
| 59.8                  | 1.44147                            | 1.2926                        | 713.7            | 552.2             | 42,41                            |
| 59.9                  | 1.44169                            | 1.2932                        | 715.3            | 553.1             | 42,50                            |

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 60.0                  | 1.44192                            | 1.2938                        | 716.8            | 554.0             | 42,59                            |
| 60.1                  | 1.44215                            | 1.2944                        | 718.3            | 554.9             | 42,68                            |
| 60.2                  | 1.44237                            | 1.2950                        | 719.8            | 555.8             | 42,77                            |
| 60.3                  | 1.44260                            | 1.2956                        | 721.2            | 556.7             | 42,85                            |
| 60.4                  | 1.44283                            | 1.2962                        | 722.7            | 557.6             | 42,94                            |
| 60.5                  | 1.44306                            | 1.2968                        | 724.2            | 558.4             | 43,03                            |
| 60.6                  | 1.44328                            | 1.2974                        | 725.7            | 559.3             | 43,12                            |
| 60.7                  | 1.44351                            | 1.2980                        | 727.2            | 560.2             | 43,21                            |
| 60.8                  | 1.44374                            | 1.2986                        | 728.6            | 561.1             | 43,29                            |
| 60.9                  | 1.44396                            | 1.2992                        | 730.1            | 562.0             | 43,38                            |
| 61.0                  | 1.44419                            | 1.2998                        | 731.6            | 562.8             | 43,47                            |
| 61.1                  | 1.44442                            | 1.3004                        | 733.1            | 563.8             | 43,56                            |
| 61.2                  | 1.44465                            | 1.3011                        | 734.7            | 564.7             | 43,65                            |
| 61.3                  | 1.44488                            | 1.3017                        | 736.2            | 565.6             | 43,74                            |
| 61.4                  | 1.44511                            | 1.3023                        | 737.8            | 566.5             | 43,84                            |
| 61.5                  | 1.44533                            | 1.3030                        | 739.4            | 567.4             | 43,93                            |
| 61.6                  | 1.44556                            | 1.3036                        | 740.9            | 568.4             | 44,02                            |
| 61.7                  | 1.44579                            | 1.3042                        | 742.5            | 569.3             | 44,12                            |
| 61.8                  | 1.44602                            | 1.3048                        | 744.0            | 570.2             | 44,21                            |
| 61.9                  | 1.44625                            | 1.3055                        | 745.6            | 571.1             | 44,30                            |
| 62.0                  | 1.44648                            | 1.3061                        | 747.1            | 572.0             | 44,39                            |
| 62.1                  | 1.44671                            | 1.3067                        | 748.6            | 572.9             | 44,48                            |
| 62.2                  | 1.44694                            | 1.3073                        | 750.2            | 573.8             | 44,57                            |
| 62.3                  | 1.44717                            | 1.3080                        | 751.7            | 574.7             | 44,66                            |
| 62.4                  | 1.44740                            | 1.3086                        | 753.3            | 575.6             | 44,76                            |
| 62.5                  | 1.44764                            | 1.3092                        | 754.8            | 576.5             | 44,85                            |
| 62.6                  | 1.44787                            | 1.3098                        | 756.3            | 577.4             | 44,94                            |
| 62.7                  | 1.44810                            | 1.3104                        | 757.9            | 578.3             | 45,03                            |
| 62.8                  | 1.44833                            | 1.3111                        | 759.4            | 579.2             | 45,12                            |
| 62.9                  | 1.44856                            | 1.3117                        | 761.0            | 580.1             | 45,21                            |
| 63.0                  | 1.44879                            | 1.3123                        | 762.5            | 581.0             | 45,31                            |
| 63.1                  | 1.44902                            | 1.3130                        | 764.1            | 582.0             | 45,40                            |
| 63.2                  | 1.44926                            | 1.3136                        | 765.7            | 582.9             | 45,49                            |
| 63.3                  | 1.44949                            | 1.3143                        | 767.3            | 583.8             | 45,59                            |
| 63.4                  | 1.44972                            | 1.3149                        | 768.9            | 584.8             | 45,69                            |
| 63.5                  | 1.44996                            | 1.3156                        | 770.6            | 585.7             | 45,79                            |
| 63.6                  | 1.45019                            | 1.3162                        | 772.2            | 586.6             | 45,88                            |
| 63.7                  | 1.45042                            | 1.3169                        | 773.8            | 587.6             | 45,98                            |
| 63.8                  | 1.45065                            | 1.3175                        | 775.4            | 588.5             | 46,07                            |
| 63.9                  | 1.45089                            | 1.3182                        | 777.0            | 589.4             | 46,17                            |
| 64.0                  | 1.45112                            | 1.3188                        | 778.6            | 590.4             | 46,26                            |
| 64.1                  | 1.45135                            | 1.3195                        | 780.1            | 591.3             | 46,35                            |
| 64.2                  | 1.45159                            | 1.3201                        | 781.7            | 592.1             | 46,45                            |
| 64.3                  | 1.45183                            | 1.3207                        | 783.2            | 593.0             | 46,53                            |
| 64.4                  | 1.45206                            | 1.3213                        | 784.8            | 593.9             | 46,63                            |
| 64.5                  | 1.45230                            | 1.3219                        | 786.3            | 594.8             | 46,72                            |
| 64.6                  | 1.45253                            | 1.3226                        | 787.8            | 595.7             | 46,81                            |
| 64.7                  | 1.45276                            | 1.3232                        | 789.4            | 596.6             | 46,90                            |
| 64.8                  | 1.45300                            | 1.3238                        | 790.9            | 597.5             | 46,99                            |
| 64.9                  | 1.45324                            | 1.3244                        | 792.5            | 598.3             | 47,09                            |

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 65.0                  | 1.45347                            | 1.3251                        | 794.0            | 599.2             | 47,18                            |
| 65.1                  | 1.45371                            | 1.3257                        | 795.6            | 600.1             | 47,27                            |
| 65.2                  | 1.45394                            | 1.3264                        | 797.2            | 601.1             | 47,37                            |
| 65.3                  | 1.45418                            | 1.3270                        | 798.8            | 602.0             | 47,46                            |
| 65.4                  | 1.45441                            | 1.3277                        | 800.4            | 602.9             | 47,56                            |
| 65.5                  | 1.45465                            | 1.3283                        | 802.1            | 603.8             | 47,66                            |
| 65.6                  | 1.45489                            | 1.3290                        | 803.7            | 604.7             | 47,75                            |
| 65.7                  | 1.45512                            | 1.3296                        | 805.3            | 605.6             | 47,85                            |
| 65.8                  | 1.45536                            | 1.3303                        | 806.9            | 606.6             | 47,94                            |
| 65.9                  | 1.45559                            | 1.3309                        | 808.5            | 607.5             | 48,04                            |
| 66.0                  | 1.45583                            | 1.3316                        | 810.1            | 608.4             | 48,13                            |
| 66.1                  | 1.45607                            | 1.3322                        | 811.6            | 609.3             | 48,22                            |
| 66.2                  | 1.45630                            | 1.3328                        | 813.2            | 610.1             | 48,32                            |
| 66.3                  | 1.45654                            | 1.3335                        | 814.8            | 611.0             | 48,41                            |
| 66.4                  | 1.45678                            | 1.3341                        | 816.3            | 611.9             | 48,50                            |
| 66.5                  | 1.45702                            | 1.3347                        | 817.9            | 612.8             | 48,60                            |
| 66.6                  | 1.45725                            | 1.3353                        | 819.4            | 613.6             | 48,69                            |
| 66.7                  | 1.45749                            | 1.3360                        | 820.9            | 614.5             | 48,77                            |
| 66.8                  | 1.45773                            | 1.3366                        | 822.5            | 615.4             | 48,87                            |
| 66.9                  | 1.45796                            | 1.3372                        | 824.1            | 616.2             | 48,97                            |
| 67.0                  | 1.45820                            | 1.3378                        | 825.6            | 617.1             | 49,05                            |
| 67.1                  | 1.45844                            | 1.3385                        | 827.2            | 618.0             | 49,15                            |
| 67.2                  | 1.45868                            | 1.3391                        | 828.8            | 618.9             | 49,24                            |
| 67.3                  | 1.45892                            | 1.3398                        | 830.4            | 619.8             | 49,34                            |
| 67.4                  | 1.45916                            | 1.3404                        | 832.0            | 620.7             | 49,43                            |
| 67.5                  | 1.45940                            | 1.3411                        | 833.7            | 621.6             | 49,53                            |
| 67.6                  | 1.45964                            | 1.3418                        | 835.3            | 622.5             | 49,63                            |
| 67.7                  | 1.45988                            | 1.3424                        | 836.9            | 623.4             | 49,73                            |
| 67.8                  | 1.46012                            | 1.3431                        | 838.5            | 624.3             | 49,82                            |
| 67.9                  | 1.46036                            | 1.3437                        | 840.1            | 625.2             | 49,92                            |
| 68.0                  | 1.46060                            | 1.3444                        | 841.7            | 626.1             | 50,01                            |
| 68.1                  | 1.46084                            | 1.3450                        | 843.4            | 627.0             | 50,11                            |
| 68.2                  | 1.46108                            | 1.3457                        | 845.1            | 628.0             | 50,21                            |
| 68.3                  | 1.46132                            | 1.3464                        | 846.7            | 628.9             | 50,31                            |
| 68.4                  | 1.46156                            | 1.3471                        | 848.4            | 629.8             | 50,41                            |
| 68.5                  | 1.46181                            | 1.3478                        | 850.1            | 630.8             | 50,51                            |
| 68.6                  | 1.46205                            | 1.3484                        | 851.8            | 631.7             | 50,61                            |
| 68.7                  | 1.46229                            | 1.3491                        | 853.5            | 632.6             | 50,71                            |
| 68.8                  | 1.46253                            | 1.3498                        | 855.1            | 633.5             | 50,81                            |
| 68.9                  | 1.46277                            | 1.3505                        | 856.8            | 634.5             | 50,91                            |
| 69.0                  | 1.46301                            | 1.3512                        | 858.5            | 635.4             | 51,01                            |
| 69.1                  | 1.46325                            | 1.3518                        | 860.1            | 636.3             | 51,10                            |
| 69.2                  | 1.46350                            | 1.3525                        | 861.7            | 637.2             | 51,20                            |
| 69.3                  | 1.46374                            | 1.3531                        | 863.3            | 638.0             | 51,29                            |
| 69.4                  | 1.46398                            | 1.3538                        | 864.9            | 638.9             | 51,39                            |
| 69.5                  | 1.46423                            | 1.3544                        | 866.6            | 639.8             | 51,49                            |
| 69.6                  | 1.46447                            | 1.3551                        | 868.2            | 640.7             | 51,58                            |
| 69.7                  | 1.46471                            | 1.3557                        | 869.8            | 641.6             | 51,68                            |
| 69.8                  | 1.46495                            | 1.3564                        | 871.4            | 642.4             | 51,78                            |
| 69.9                  | 1.46520                            | 1.3570                        | 873.0            | 643.3             | 51,87                            |

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 70.0                  | 1.46544                            | 1.3577                        | 874.6            | 644.2             | 51,97                            |
| 70.1                  | 1.46568                            | 1.3583                        | 876.2            | 645.1             | 52,06                            |
| 70.2                  | 1.46593                            | 1.3590                        | 877.8            | 645.9             | 52,15                            |
| 70.3                  | 1.46618                            | 1.3596                        | 879.4            | 646.8             | 52,25                            |
| 70.4                  | 1.46642                            | 1.3603                        | 881.0            | 647.7             | 52,35                            |
| 70.5                  | 1.46667                            | 1.3609                        | 882.7            | 648.6             | 52,45                            |
| 70.6                  | 1.46691                            | 1.3616                        | 884.3            | 649.4             | 52,54                            |
| 70.7                  | 1.46715                            | 1.2622                        | 885.9            | 650.3             | 52,64                            |
| 70.8                  | 1.46740                            | 1.3629                        | 887.5            | 651.2             | 52,73                            |
| 70.9                  | 1.46765                            | 1.3635                        | 889.1            | 652.1             | 52,83                            |
| 71.0                  | 1.46789                            | 1.3642                        | 890.7            | 652.9             | 52,92                            |
| 71.1                  | 1.46814                            | 1.3649                        | 892.4            | 653.8             | 53,02                            |
| 71.2                  | 1.46838                            | 1.3655                        | 894.1            | 654.7             | 53,12                            |
| 71.3                  | 1.46863                            | 1.3662                        | 895.7            | 655.6             | 53,22                            |
| 71.4                  | 1.46888                            | 1.3669                        | 897.4            | 656.5             | 53,32                            |
| 71.5                  | 1.46913                            | 1.3676                        | 899.1            | 657.4             | 53,42                            |
| 71.6                  | 1.46937                            | 1.3683                        | 900.8            | 658.3             | 53,52                            |
| 71.7                  | 1.46962                            | 1.3689                        | 902.5            | 659.2             | 53,62                            |
| 71.8                  | 1.46987                            | 1.3696                        | 904.1            | 660.1             | 53,72                            |
| 71.9                  | 1.47011                            | 1.3703                        | 905.8            | 661.0             | 53,82                            |
| 72.0                  | 1.47036                            | 1.3710                        | 907.5            | 661.9             | 53,92                            |
| 72.1                  | 1.47061                            | 1.3717                        | 909.2            | 662.8             | 54,02                            |
| 72.2                  | 1.47086                            | 1.3723                        | 910.8            | 663.7             | 54,12                            |
| 72.3                  | 1.47110                            | 1.3730                        | 912.5            | 664.6             | 54,22                            |
| 72.4                  | 1.47135                            | 1.3737                        | 914.2            | 665.5             | 54,32                            |
| 72.5                  | 1.47160                            | 1.3744                        | 915.9            | 666.4             | 54,42                            |
| 72.6                  | 1.47185                            | 1.3750                        | 917.5            | 667.3             | 54,51                            |
| 72.7                  | 1.47210                            | 1.3757                        | 919.2            | 668.2             | 54,62                            |
| 72.8                  | 1.47234                            | 1.3764                        | 920.9            | 669.0             | 54,72                            |
| 72.9                  | 1.47259                            | 1.3771                        | 922.5            | 669.9             | 54,81                            |
| 73.0                  | 1.47284                            | 1.3777                        | 924.2            | 670.8             | 54,91                            |
| 73.1                  | 1.47309                            | 1.3784                        | 925.9            | 671.7             | 55,01                            |
| 73.2                  | 1.47334                            | 1.3791                        | 927.6            | 672.6             | 55,11                            |
| 73.3                  | 1.47359                            | 1.3798                        | 929.2            | 673.5             | 55,21                            |
| 73.4                  | 1.47384                            | 1.3804                        | 930.9            | 674.4             | 55,31                            |
| 73.5                  | 1.47409                            | 1.3811                        | 932.6            | 675.2             | 55,41                            |
| 73.6                  | 1.47434                            | 1.3818                        | 934.3            | 676.1             | 55,51                            |
| 73.7                  | 1.47459                            | 1.3825                        | 936.0            | 677.0             | 55,61                            |
| 73.8                  | 1.47484                            | 1.3832                        | 937.6            | 677.9             | 55,71                            |
| 73.9                  | 1.47509                            | 1.3838                        | 939.3            | 678.8             | 55,81                            |
| 74.0                  | 1.47534                            | 1.3845                        | 941.0            | 679.7             | 55,91                            |
| 74.1                  | 1.47559                            | 1.3852                        | 942.7            | 680.5             | 56,01                            |
| 74.2                  | 1.47584                            | 1.3859                        | 944.4            | 681.4             | 56,11                            |
| 74.3                  | 1.47609                            | 1.3866                        | 946.0            | 682.3             | 56,21                            |
| 74.4                  | 1.47634                            | 1.3872                        | 947.7            | 683.2             | 56,31                            |
| 74.5                  | 1.47660                            | 1.3879                        | 949.4            | 684.0             | 56,41                            |
| 74.6                  | 1.47685                            | 1.3886                        | 951.1            | 684.9             | 56,51                            |
| 74.7                  | 1.47710                            | 1.3893                        | 952.8            | 685.8             | 56,61                            |
| 74.8                  | 1.47735                            | 1.3900                        | 954.4            | 686.7             | 56,71                            |
| 74.9                  | 1.47760                            | 1.3906                        | 956.1            | 687.5             | 56,81                            |



TABLE III

Table donnant la teneur en sucre <sup>(1)</sup> des moûts concentrés rectifiés en grammes par litre et en grammes par kilogramme, déterminée au moyen d'un réfractomètre gradué, soit en pourcentage en masse de saccharose à 20 °C, soit en indice de réfraction à 20 °C. La masse volumique à 20 °C est également donnée.

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 50.0                  | 1.42008                            | 1.2342                        | 627.6            | 508.5             | 37,28                            |
| 50.1                  | 1.42029                            | 1.2348                        | 629.3            | 509.6             | 37,38                            |
| 50.2                  | 1.42050                            | 1.2355                        | 630.9            | 510.6             | 37,48                            |
| 50.3                  | 1.42071                            | 1.2362                        | 632.4            | 511.6             | 37,56                            |
| 50.4                  | 1.42092                            | 1.2367                        | 634.1            | 512.7             | 37,66                            |
| 50.5                  | 1.42113                            | 1.2374                        | 635.7            | 513.7             | 37,76                            |
| 50.6                  | 1.42135                            | 1.2381                        | 637.3            | 514.7             | 37,85                            |
| 50.7                  | 1.42156                            | 1.2386                        | 638.7            | 515.7             | 37,94                            |
| 50.8                  | 1.42177                            | 1.2391                        | 640.4            | 516.8             | 38,04                            |
| 50.9                  | 1.42198                            | 1.2396                        | 641.9            | 517.8             | 38,13                            |
| 51.0                  | 1.42219                            | 1.2401                        | 643.4            | 518.8             | 38,22                            |
| 51.1                  | 1.42240                            | 1.2406                        | 645.0            | 519.9             | 38,31                            |
| 51.2                  | 1.42261                            | 1.2411                        | 646.5            | 520.9             | 38,40                            |
| 51.3                  | 1.42282                            | 1.2416                        | 648.1            | 522.0             | 38,50                            |
| 51.4                  | 1.42304                            | 1.2421                        | 649.6            | 523.0             | 38,59                            |
| 51.5                  | 1.42325                            | 1.2427                        | 651.2            | 524.0             | 38,68                            |
| 51.6                  | 1.42347                            | 1.2434                        | 652.9            | 525.1             | 38,78                            |
| 51.7                  | 1.42368                            | 1.2441                        | 654.5            | 526.1             | 38,88                            |
| 51.8                  | 1.42389                            | 1.2447                        | 656.1            | 527.1             | 38,97                            |
| 51.9                  | 1.42410                            | 1.2454                        | 657.8            | 528.2             | 39,07                            |
| 52.0                  | 1.42432                            | 1.2461                        | 659.4            | 529.2             | 39,17                            |
| 52.1                  | 1.42453                            | 1.2466                        | 661.0            | 530.2             | 39,26                            |
| 52.2                  | 1.42475                            | 1.2470                        | 662.5            | 531.3             | 39,35                            |
| 52.3                  | 1.42496                            | 1.2475                        | 664.1            | 532.3             | 39,45                            |
| 52.4                  | 1.42517                            | 1.2480                        | 665.6            | 533.3             | 39,54                            |
| 52.5                  | 1.42538                            | 1.2486                        | 667.2            | 534.4             | 39,63                            |
| 52.6                  | 1.42560                            | 1.2493                        | 668.9            | 535.4             | 39,73                            |
| 52.7                  | 1.42581                            | 1.2500                        | 670.5            | 536.4             | 39,83                            |
| 52.8                  | 1.42603                            | 1.2506                        | 672.2            | 537.5             | 39,93                            |
| 52.9                  | 1.42624                            | 1.2513                        | 673.8            | 538.5             | 40,02                            |
| 53.0                  | 1.42645                            | 1.2520                        | 675.5            | 539.5             | 40,12                            |
| 53.1                  | 1.42667                            | 1.2525                        | 677.1            | 540.6             | 40,22                            |
| 53.2                  | 1.42689                            | 1.2530                        | 678.5            | 541.5             | 40,30                            |
| 53.3                  | 1.42711                            | 1.2535                        | 680.2            | 542.6             | 40,40                            |
| 53.4                  | 1.42733                            | 1.2540                        | 681.8            | 543.7             | 40,50                            |
| 53.5                  | 1.42754                            | 1.2546                        | 683.4            | 544.7             | 40,59                            |
| 53.6                  | 1.42776                            | 1.2553                        | 685.1            | 545.8             | 40,69                            |
| 53.7                  | 1.42797                            | 1.2560                        | 686.7            | 546.7             | 40,79                            |
| 53.8                  | 1.42819                            | 1.2566                        | 688.4            | 547.8             | 40,89                            |
| 53.9                  | 1.42840                            | 1.2573                        | 690.1            | 548.9             | 40,99                            |
| 54.0                  | 1.42861                            | 1.2580                        | 691.7            | 549.8             | 41,09                            |
| 54.1                  | 1.42884                            | 1.2585                        | 693.3            | 550.9             | 41,18                            |
| 54.2                  | 1.42906                            | 1.2590                        | 694.9            | 551.9             | 41,28                            |
| 54.3                  | 1.42927                            | 1.2595                        | 696.5            | 553.0             | 41,37                            |
| 54.4                  | 1.42949                            | 1.2600                        | 698.1            | 554.0             | 41,47                            |
| 54.5                  | 1.42971                            | 1.2606                        | 699.7            | 555.1             | 41,56                            |
| 54.6                  | 1.42993                            | 1.2613                        | 701.4            | 556.1             | 41,66                            |
| 54.7                  | 1.43014                            | 1.2620                        | 703.1            | 557.1             | 41,76                            |
| 54.8                  | 1.43036                            | 1.2625                        | 704.7            | 558.2             | 41,86                            |
| 54.9                  | 1.43058                            | 1.2630                        | 706.2            | 559.1             | 41,95                            |

(1) La teneur en sucres est exprimée en sucres intervertis.

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 55.0                  | 1.43079                            | 1.2635                        | 707.8            | 560.2             | 42,04                            |
| 55.1                  | 1.43102                            | 1.2639                        | 709.4            | 561.3             | 42,14                            |
| 55.2                  | 1.43124                            | 1.2645                        | 711.0            | 562.3             | 42,23                            |
| 55.3                  | 1.43146                            | 1.2652                        | 712.7            | 563.3             | 42,33                            |
| 55.4                  | 1.43168                            | 1.2659                        | 714.4            | 564.3             | 42,44                            |
| 55.5                  | 1.43189                            | 1.2665                        | 716.1            | 565.4             | 42,54                            |
| 55.6                  | 1.43211                            | 1.2672                        | 717.8            | 566.4             | 42,64                            |
| 55.7                  | 1.43233                            | 1.2679                        | 719.5            | 567.5             | 42,74                            |
| 55.8                  | 1.43255                            | 1.2685                        | 721.1            | 568.5             | 42,83                            |
| 55.9                  | 1.43277                            | 1.2692                        | 722.8            | 569.5             | 42,93                            |
| 56.0                  | 1.43298                            | 1.2699                        | 724.5            | 570.5             | 43,04                            |
| 56.1                  | 1.43321                            | 1.2703                        | 726.1            | 571.6             | 43,13                            |
| 56.2                  | 1.43343                            | 1.2708                        | 727.7            | 572.6             | 43,23                            |
| 56.3                  | 1.43365                            | 1.2713                        | 729.3            | 573.7             | 43,32                            |
| 56.4                  | 1.43387                            | 1.2718                        | 730.9            | 574.7             | 43,42                            |
| 56.5                  | 1.43409                            | 1.2724                        | 732.6            | 575.8             | 43,52                            |
| 56.6                  | 1.43431                            | 1.2731                        | 734.3            | 576.8             | 43,62                            |
| 56.7                  | 1.43454                            | 1.2738                        | 736.0            | 577.8             | 43,72                            |
| 56.8                  | 1.43476                            | 1.2744                        | 737.6            | 578.8             | 43,81                            |
| 56.9                  | 1.43498                            | 1.2751                        | 739.4            | 579.9             | 43,92                            |
| 57.0                  | 1.43519                            | 1.2758                        | 741.1            | 580.9             | 44,02                            |
| 57.1                  | 1.43542                            | 1.2763                        | 742.8            | 582.0             | 44,12                            |
| 57.2                  | 1.43564                            | 1.2768                        | 744.4            | 583.0             | 44,22                            |
| 57.3                  | 1.43586                            | 1.2773                        | 745.9            | 584.0             | 44,31                            |
| 57.4                  | 1.43609                            | 1.2778                        | 747.6            | 585.1             | 44,41                            |
| 57.5                  | 1.43631                            | 1.2784                        | 749.3            | 586.1             | 44,51                            |
| 57.6                  | 1.43653                            | 1.2791                        | 751.0            | 587.1             | 44,61                            |
| 57.7                  | 1.43675                            | 1.2798                        | 752.7            | 588.1             | 44,71                            |
| 57.8                  | 1.43698                            | 1.2804                        | 754.4            | 589.2             | 44,81                            |
| 57.9                  | 1.43720                            | 1.2810                        | 756.1            | 590.2             | 44,91                            |
| 58.0                  | 1.43741                            | 1.2818                        | 757.8            | 591.2             | 45,01                            |
| 58.1                  | 1.43764                            | 1.2822                        | 759.5            | 592.3             | 45,11                            |
| 58.2                  | 1.43784                            | 1.2827                        | 761.1            | 593.4             | 45,21                            |
| 58.3                  | 1.43809                            | 1.2832                        | 762.6            | 594.3             | 45,30                            |
| 58.4                  | 1.43832                            | 1.2837                        | 764.3            | 595.4             | 45,40                            |
| 58.5                  | 1.43854                            | 1.2843                        | 766.0            | 596.4             | 45,50                            |
| 58.6                  | 1.43877                            | 1.2850                        | 767.8            | 597.5             | 45,61                            |
| 58.7                  | 1.43899                            | 1.2857                        | 769.5            | 598.5             | 45,71                            |
| 58.8                  | 1.43922                            | 1.2863                        | 771.1            | 599.5             | 45,80                            |
| 58.9                  | 1.43944                            | 1.2869                        | 772.9            | 600.6             | 45,91                            |
| 59.0                  | 1.43966                            | 1.2876                        | 774.6            | 601.6             | 46,01                            |
| 59.1                  | 1.43988                            | 1.2882                        | 776.3            | 602.6             | 46,11                            |
| 59.2                  | 1.44011                            | 1.2889                        | 778.1            | 603.7             | 46,22                            |
| 59.3                  | 1.44034                            | 1.2896                        | 779.8            | 604.7             | 46,32                            |
| 59.4                  | 1.44057                            | 1.2902                        | 781.6            | 605.8             | 46,43                            |
| 59.5                  | 1.44079                            | 1.2909                        | 783.3            | 606.8             | 46,53                            |
| 59.6                  | 1.44102                            | 1.2916                        | 785.2            | 607.9             | 46,64                            |
| 59.7                  | 1.44124                            | 1.2921                        | 786.8            | 608.9             | 46,74                            |
| 59.8                  | 1.44147                            | 1.2926                        | 788.4            | 609.9             | 46,83                            |
| 59.9                  | 1.44169                            | 1.2931                        | 790.0            | 610.9             | 46,93                            |



## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 60.0                  | 1.44192                            | 1.2936                        | 791.7            | 612.0             | 47,03                            |
| 60.1                  | 1.44215                            | 1.2942                        | 793.3            | 613.0             | 47,12                            |
| 60.2                  | 1.44238                            | 1.2949                        | 795.2            | 614.1             | 47,23                            |
| 60.3                  | 1.44260                            | 1.2956                        | 796.9            | 615.1             | 47,34                            |
| 60.4                  | 1.44283                            | 1.2962                        | 798.6            | 616.1             | 47,44                            |
| 60.5                  | 1.44305                            | 1.2969                        | 800.5            | 617.2             | 47,55                            |
| 60.6                  | 1.44328                            | 1.2976                        | 802.2            | 618.2             | 47,65                            |
| 60.7                  | 1.44351                            | 1.2981                        | 803.9            | 619.3             | 47,75                            |
| 60.8                  | 1.44374                            | 1.2986                        | 805.5            | 620.3             | 47,85                            |
| 60.9                  | 1.44397                            | 1.2991                        | 807.1            | 621.3             | 47,94                            |
| 61.0                  | 1.44419                            | 1.2996                        | 808.7            | 622.3             | 48,04                            |
| 61.1                  | 1.44442                            | 1.3002                        | 810.5            | 623.4             | 48,14                            |
| 61.2                  | 1.44465                            | 1.3009                        | 812.3            | 624.4             | 48,25                            |
| 61.3                  | 1.44488                            | 1.3016                        | 814.2            | 625.5             | 48,36                            |
| 61.4                  | 1.44511                            | 1.3022                        | 815.8            | 626.5             | 48,46                            |
| 61.5                  | 1.44534                            | 1.3029                        | 817.7            | 627.6             | 48,57                            |
| 61.6                  | 1.44557                            | 1.3036                        | 819.4            | 628.6             | 48,67                            |
| 61.7                  | 1.44580                            | 1.3042                        | 821.3            | 629.7             | 48,79                            |
| 61.8                  | 1.44603                            | 1.3049                        | 823.0            | 630.7             | 48,89                            |
| 61.9                  | 1.44626                            | 1.3056                        | 824.8            | 631.7             | 48,99                            |
| 62.0                  | 1.44648                            | 1.3062                        | 826.6            | 632.8             | 49,10                            |
| 62.1                  | 1.44672                            | 1.3068                        | 828.3            | 633.8             | 49,20                            |
| 62.2                  | 1.44695                            | 1.3075                        | 830.0            | 634.8             | 49,30                            |
| 62.3                  | 1.44718                            | 1.3080                        | 831.8            | 635.9             | 49,40                            |
| 62.4                  | 1.44741                            | 1.3085                        | 833.4            | 636.9             | 49,50                            |
| 62.5                  | 1.44764                            | 1.3090                        | 835.1            | 638.0             | 49,60                            |
| 62.6                  | 1.44787                            | 1.3095                        | 836.8            | 639.0             | 49,71                            |
| 62.7                  | 1.44810                            | 1.3101                        | 838.5            | 640.0             | 49,81                            |
| 62.8                  | 1.44833                            | 1.3108                        | 840.2            | 641.0             | 49,91                            |
| 62.9                  | 1.44856                            | 1.3115                        | 842.1            | 642.1             | 50,02                            |
| 63.0                  | 1.44879                            | 1.3121                        | 843.8            | 643.1             | 50,12                            |
| 63.1                  | 1.44902                            | 1.3128                        | 845.7            | 644.2             | 50,23                            |
| 63.2                  | 1.44926                            | 1.3135                        | 847.5            | 645.2             | 50,34                            |
| 63.3                  | 1.44949                            | 1.3141                        | 849.3            | 646.3             | 50,45                            |
| 63.4                  | 1.44972                            | 1.3148                        | 851.1            | 647.3             | 50,56                            |
| 63.5                  | 1.44995                            | 1.3155                        | 853.0            | 648.4             | 50,67                            |
| 63.6                  | 1.45019                            | 1.3161                        | 854.7            | 649.4             | 50,77                            |
| 63.7                  | 1.45042                            | 1.3168                        | 856.5            | 650.4             | 50,88                            |
| 63.8                  | 1.45065                            | 1.3175                        | 858.4            | 651.5             | 50,99                            |
| 63.9                  | 1.45088                            | 1.3180                        | 860.0            | 652.5             | 51,08                            |
| 64.0                  | 1.45112                            | 1.3185                        | 861.6            | 653.5             | 51,18                            |
| 64.1                  | 1.45135                            | 1.3190                        | 863.4            | 654.6             | 51,29                            |
| 64.2                  | 1.45158                            | 1.3195                        | 865.1            | 655.6             | 51,39                            |
| 64.3                  | 1.45181                            | 1.3201                        | 866.9            | 656.7             | 51,49                            |
| 64.4                  | 1.45205                            | 1.3208                        | 868.7            | 657.7             | 51,60                            |
| 64.5                  | 1.45228                            | 1.3215                        | 870.6            | 658.8             | 51,71                            |
| 64.6                  | 1.45252                            | 1.3221                        | 872.3            | 659.8             | 51,81                            |
| 64.7                  | 1.45275                            | 1.3228                        | 874.1            | 660.8             | 51,92                            |
| 64.8                  | 1.45299                            | 1.3235                        | 876.0            | 661.9             | 52,03                            |
| 64.9                  | 1.45322                            | 1.3241                        | 877.8            | 662.9             | 52,14                            |

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 65.0                  | 1.45347                            | 1.3248                        | 879.7            | 664.0             | 52,25                            |
| 65.1                  | 1.45369                            | 1.3255                        | 881.5            | 665.0             | 52,36                            |
| 65.2                  | 1.45393                            | 1.3261                        | 883.2            | 666.0             | 52,46                            |
| 65.3                  | 1.45416                            | 1.3268                        | 885.0            | 667.0             | 52,57                            |
| 65.4                  | 1.45440                            | 1.3275                        | 886.9            | 668.1             | 52,68                            |
| 65.5                  | 1.45463                            | 1.3281                        | 888.8            | 669.2             | 52,79                            |
| 65.6                  | 1.45487                            | 1.3288                        | 890.6            | 670.2             | 52,90                            |
| 65.7                  | 1.45510                            | 1.3295                        | 892.4            | 671.2             | 53,01                            |
| 65.8                  | 1.45534                            | 1.3301                        | 894.2            | 672.3             | 53,12                            |
| 65.9                  | 1.45557                            | 1.3308                        | 896.0            | 673.3             | 53,22                            |
| 66.0                  | 1.45583                            | 1.3315                        | 898.0            | 674.4             | 53,34                            |
| 66.1                  | 1.45605                            | 1.3320                        | 899.6            | 675.4             | 53,44                            |
| 66.2                  | 1.45629                            | 1.3325                        | 901.3            | 676.4             | 53,54                            |
| 66.3                  | 1.45652                            | 1.3330                        | 903.1            | 677.5             | 53,64                            |
| 66.4                  | 1.45676                            | 1.3335                        | 904.8            | 678.5             | 53,75                            |
| 66.5                  | 1.45700                            | 1.3341                        | 906.7            | 679.6             | 53,86                            |
| 66.6                  | 1.45724                            | 1.3348                        | 908.5            | 680.6             | 53,96                            |
| 66.7                  | 1.45747                            | 1.3355                        | 910.4            | 681.7             | 54,08                            |
| 66.8                  | 1.45771                            | 1.3361                        | 912.2            | 682.7             | 54,18                            |
| 66.9                  | 1.45795                            | 1.3367                        | 913.9            | 683.7             | 54,29                            |
| 67.0                  | 1.45820                            | 1.3374                        | 915.9            | 684.8             | 54,40                            |
| 67.1                  | 1.45843                            | 1.3380                        | 917.6            | 685.8             | 54,51                            |
| 67.2                  | 1.45867                            | 1.3387                        | 919.6            | 686.9             | 54,62                            |
| 67.3                  | 1.45890                            | 1.3395                        | 921.4            | 687.9             | 54,73                            |
| 67.4                  | 1.45914                            | 1.3400                        | 923.1            | 688.9             | 54,83                            |
| 67.5                  | 1.45938                            | 1.3407                        | 925.1            | 690.0             | 54,95                            |
| 67.6                  | 1.45962                            | 1.3415                        | 927.0            | 691.0             | 55,06                            |
| 67.7                  | 1.45986                            | 1.3420                        | 928.8            | 692.1             | 55,17                            |
| 67.8                  | 1.46010                            | 1.3427                        | 930.6            | 693.1             | 55,28                            |
| 67.9                  | 1.46034                            | 1.3434                        | 932.6            | 694.2             | 55,40                            |
| 68.0                  | 1.46060                            | 1.3440                        | 934.4            | 695.2             | 55,50                            |
| 68.1                  | 1.46082                            | 1.3447                        | 936.2            | 696.2             | 55,61                            |
| 68.2                  | 1.46106                            | 1.3454                        | 938.0            | 697.2             | 55,72                            |
| 68.3                  | 1.46130                            | 1.3460                        | 939.9            | 698.3             | 55,83                            |
| 68.4                  | 1.46154                            | 1.3466                        | 941.8            | 699.4             | 55,94                            |
| 68.5                  | 1.46178                            | 1.3473                        | 943.7            | 700.4             | 56,06                            |
| 68.6                  | 1.46202                            | 1.3479                        | 945.4            | 701.4             | 56,16                            |
| 68.7                  | 1.46226                            | 1.3486                        | 947.4            | 702.5             | 56,28                            |
| 68.8                  | 1.46251                            | 1.3493                        | 949.2            | 703.5             | 56,38                            |
| 68.9                  | 1.46275                            | 1.3499                        | 951.1            | 704.6             | 56,50                            |
| 69.0                  | 1.46301                            | 1.3506                        | 953.0            | 705.6             | 56,61                            |
| 69.1                  | 1.46323                            | 1.3513                        | 954.8            | 706.6             | 56,72                            |
| 69.2                  | 1.46347                            | 1.3519                        | 956.7            | 707.7             | 56,83                            |
| 69.3                  | 1.46371                            | 1.3526                        | 958.6            | 708.7             | 56,94                            |
| 69.4                  | 1.46396                            | 1.3533                        | 960.6            | 709.8             | 57,06                            |
| 69.5                  | 1.46420                            | 1.3539                        | 962.4            | 710.8             | 57,17                            |
| 69.6                  | 1.46444                            | 1.3546                        | 964.3            | 711.9             | 57,28                            |
| 69.7                  | 1.46468                            | 1.3553                        | 966.2            | 712.9             | 57,39                            |
| 69.8                  | 1.46493                            | 1.3560                        | 968.2            | 714.0             | 57,51                            |
| 69.9                  | 1.46517                            | 1.3566                        | 970.0            | 715.0             | 57,62                            |

## ▼B

| Saccharose<br>% (m/m) | Indice de<br>réfraction à<br>20 °C | Masse<br>volumique à<br>20 °C | Sucres en<br>g/l | Sucres en<br>g/kg | Titre alcoométr.<br>% vol. 20 °C |
|-----------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|
| 70.0                  | 1.46544                            | 1.3573                        | 971.8            | 716.0             | 57,72                            |
| 70.1                  | 1.46565                            | 1.3579                        | 973.8            | 717.1             | 57,84                            |
| 70.2                  | 1.46590                            | 1.3586                        | 975.6            | 718.1             | 57,95                            |
| 70.3                  | 1.46614                            | 1.3593                        | 977.6            | 719.2             | 58,07                            |
| 70.4                  | 1.46639                            | 1.3599                        | 979.4            | 720.2             | 58,18                            |
| 70.5                  | 1.46663                            | 1.3606                        | 981.3            | 721.2             | 58,29                            |
| 70.6                  | 1.46688                            | 1.3613                        | 983.3            | 722.3             | 58,41                            |
| 70.7                  | 1.46712                            | 1.3619                        | 985.2            | 723.4             | 58,52                            |
| 70.8                  | 1.46737                            | 1.3626                        | 987.1            | 724.4             | 58,63                            |
| 70.9                  | 1.46761                            | 1.3633                        | 988.9            | 725.4             | 58,74                            |
| 71.0                  | 1.46789                            | 1.3639                        | 990.9            | 726.5             | 58,86                            |
| 71.1                  | 1.46810                            | 1.3646                        | 992.8            | 727.5             | 58,97                            |
| 71.2                  | 1.46835                            | 1.3653                        | 994.8            | 728.6             | 59,09                            |
| 71.3                  | 1.46859                            | 1.3659                        | 996.6            | 729.6             | 59,20                            |
| 71.4                  | 1.46884                            | 1.3665                        | 998.5            | 730.7             | 59,31                            |
| 71.5                  | 1.46908                            | 1.3672                        | 1 000.4          | 731.7             | 59,42                            |
| 71.6                  | 1.46933                            | 1.3678                        | 1 002.2          | 732.7             | 59,53                            |
| 71.7                  | 1.46957                            | 1.3685                        | 1 004.2          | 733.8             | 59,65                            |
| 71.8                  | 1.46982                            | 1.3692                        | 1 006.1          | 734.8             | 59,76                            |
| 71.9                  | 1.47007                            | 1.3698                        | 1 008.0          | 735.9             | 59,88                            |
| 72.0                  | 1.47036                            | 1.3705                        | 1 009.9          | 736.9             | 59,99                            |
| 72.1                  | 1.47056                            | 1.3712                        | 1 012.0          | 738.0             | 60,11                            |
| 72.2                  | 1.47081                            | 1.3718                        | 1 013.8          | 739.0             | 60,22                            |
| 72.3                  | 1.47106                            | 1.3725                        | 1 015.7          | 740.0             | 60,33                            |
| 72.4                  | 1.47131                            | 1.3732                        | 1 017.7          | 741.1             | 60,45                            |
| 72.5                  | 1.47155                            | 1.3738                        | 1 019.5          | 742.1             | 60,56                            |
| 72.6                  | 1.47180                            | 1.3745                        | 1 021.5          | 743.2             | 60,68                            |
| 72.7                  | 1.47205                            | 1.3752                        | 1 023.4          | 744.2             | 60,79                            |
| 72.8                  | 1.47230                            | 1.3758                        | 1 025.4          | 745.3             | 60,91                            |
| 72.9                  | 1.47254                            | 1.3765                        | 1 027.3          | 746.3             | 61,02                            |
| 73.0                  | 1.47284                            | 1.3772                        | 1 029.3          | 747.4             | 61,14                            |
| 73.1                  | 1.47304                            | 1.3778                        | 1 031.2          | 748.4             | 61,25                            |
| 73.2                  | 1.47329                            | 1.3785                        | 1 033.2          | 749.5             | 61,37                            |
| 73.3                  | 1.47354                            | 1.3792                        | 1 035.1          | 750.5             | 61,48                            |
| 73.4                  | 1.47379                            | 1.3798                        | 1 037.1          | 751.6             | 61,60                            |
| 73.5                  | 1.47404                            | 1.3805                        | 1 039.0          | 752.6             | 61,72                            |
| 73.6                  | 1.47429                            | 1.3812                        | 1 040.9          | 753.6             | 61,83                            |
| 73.7                  | 1.47454                            | 1.3818                        | 1 042.8          | 754.7             | 61,94                            |
| 73.8                  | 1.47479                            | 1.3825                        | 1 044.8          | 755.7             | 62,06                            |
| 73.9                  | 1.47504                            | 1.3832                        | 1 046.8          | 756.8             | 62,18                            |
| 74.0                  | 1.47534                            | 1.3838                        | 1 048.6          | 757.8             | 62,28                            |
| 74.1                  | 1.47554                            | 1.3845                        | 1 050.7          | 758.9             | 62,41                            |
| 74.2                  | 1.47579                            | 1.3852                        | 1 052.6          | 759.9             | 62,52                            |
| 74.3                  | 1.47604                            | 1.3858                        | 1 054.6          | 761.0             | 62,64                            |
| 74.4                  | 1.47629                            | 1.3865                        | 1 056.5          | 762.0             | 62,76                            |
| 74.5                  | 1.47654                            | 1.3871                        | 1 058.5          | 763.1             | 62,87                            |
| 74.6                  | 1.47679                            | 1.3878                        | 1 060.4          | 764.1             | 62,99                            |
| 74.7                  | 1.47704                            | 1.3885                        | 1 062.3          | 765.1             | 63,10                            |
| 74.8                  | 1.47730                            | 1.3892                        | 1 064.4          | 766.2             | 63,23                            |
| 74.9                  | 1.47755                            | 1.3898                        | 1 066.3          | 767.2             | 63,33                            |
| 75.0                  | 1.47785                            | 1.3905                        | 1 068.3          | 768.3             | 63,46                            |

**▼B****3. TITRE ALCOOMÉTRIQUE VOLUMIQUE**

## 1. DÉFINITION

Le titre alcoométrique volumique est égal au nombre de litres d'éthanol contenu dans 100 litres de vin, ces volumes étant tous deux mesurés à la température de 20 °C. Son symbole est «% vol».

*Remarque:*

Les homologues de l'éthanol, ainsi que l'éthanol et les homologues de l'éthanol engagés dans des esters éthyliques sont compris dans le titre alcoométrique, car ils se retrouvent dans le distillat.

## 2. PRINCIPE DES MÉTHODES

- 2.1. Distillation du vin alcalinisé par une suspension d'hydroxyde de calcium. Détermination du titre alcoométrique sur le distillat.

**▼M12**2.2. **Méthodes de référence:**

- détermination du titre alcoométrique du distillat par pycnométrie,
- détermination du titre alcoométrique des vins à l'aide de la balance hydrostatique,
- détermination du titre alcoométrique des vins par densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion.

**▼B**2.3. **Méthodes usuelles**

- 2.3.1. *Détermination du titre alcoométrique du distillat par aréométrie*

**▼M11****▼B**

- 2.3.3. *Détermination du titre alcoométrique du distillat par réfractométrie*

*Nota:*

Pour exprimer le titre alcoométrique à partir de la masse volumique du distillat, utiliser les tables pratiques I, II, III données dans l'annexe II à ce chapitre. Elles ont été calculées à partir de la table alcoométrique internationale publiée en 1972 par l'Organisation internationale de métrologie légale (OIML) dans sa recommandation n° 22 et adoptée par l'OIV (assemblée générale de 1974).

Dans le tableau I est donnée l'équation générale reliant le titre alcoométrique volumique et la masse volumique des mélanges hydroalcooliques en fonction de la température.

## 3. OBTENTION DU DISTILLAT

3.1. **Appareillage**

## 3.1.1. Appareil de distillation comportant:

- un ballon d'un litre de capacité, à rodage normalisé,
- une colonne rectificatrice de 20 cm de hauteur environ ou tout dispositif destiné à empêcher le primage,
- une source de chaleur: toute pyrogénéation des matières extractives doit être évitée par un dispositif approprié,
- un réfrigérant terminé par un tube effilé conduisant le distillat dans le fond de la fiole jaugée réceptrice contenant quelques millilitres d'eau.

## 3.1.2. Appareil à entraînement par la vapeur d'eau comportant:

- 1) un générateur de vapeur d'eau;
- 2) un barboteur;
- 3) une colonne rectificatrice;
- 4) un réfrigérant.

Tout modèle d'appareil à distillation ou tout appareil à entraînement à la vapeur d'eau peut être utilisé à condition de répondre au test suivant:

**▼B**

distiller 5 fois successives un mélange hydroalcoolique titrant 10 % vol. Le distillat doit présenter un titre alcoométrique d'au moins 9,9 % vol. après la cinquième 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.

3.2. **Réactifs**3.2.1. *Suspension d'hydroxyde de calcium 2 M*

Obtenue en versant avec précaution 1 l d'eau chaude (60 à 70 °C) sur 120 g de chaux vive CaO.

3.3. **Préparation de l'échantillon**

Les vins jeunes ou mousseux sont préalablement débarrassés de la plus grande quantité de leur dioxyde de carbone par agitation de 250 à 300 ml de vin dans un flacon de 500 ml.

3.4. **Mode opératoire**

Prélever à l'aide d'une fiole jaugée un volume de vin de 200 ml. Noter la température du vin.

Le verser dans le ballon de l'appareil à distiller ou dans le barboteur de l'appareil à entraînement à la vapeur d'eau. Rincer la fiole jaugée à quatre reprises avec 5 ml d'eau que l'on ajoute dans le ballon ou dans le barboteur. Ajouter 10 ml d'hydroxyde de calcium (3.2.1) et quelques fragments d'une matière poreuse inerte (pierre ponce) dans le cas de la distillation.

Recueillir le distillat dans la fiole jaugée de 200 ml qui a servi à mesurer le vin.

Recueillir un volume égal aux trois quarts environ du volume initial dans le cas de la distillation et recueillir 198-199 ml de distillat dans le cas de l'entraînement à la vapeur d'eau. Compléter à 200 ml avec de l'eau distillée, le distillat étant à une température identique à la température initiale à  $\pm 2$  °C près.

Mélanger avec précaution, par un mouvement circulaire.

*Remarque:*

Dans le cas de vins particulièrement chargés en ions ammoniacaux, redistiller éventuellement le distillat dans les conditions décrites ci-dessus en remplaçant la suspension d'hydroxyde de calcium par 1 ml d'acide sulfurique à 10 pour 100 (v/v).

**▼M12**

## 4. MÉTHODES DE RÉFÉRENCE

4.A. **Détermination du titre alcoométrique du distillat par pycnométrie****▼B**4.1. **Appareillage**

4.1.1. Utiliser le pycnomètre étalonné comme il est indiqué au chapitre «Masse volumique».

4.2. **Mode opératoire**

Procéder à la détermination de la masse volumique apparente à t °C du distillat (3.4) comme il est indiqué au chapitre 1 «Masse volumique» en 4.3.1 et 4.3.2; soit  $\rho_t$  cette masse volumique.

4.3. **Expression des résultats**4.3.1. *Mode de calcul*

Exprimer le titre alcoométrique à 20 °C au moyen de la table I. Sur la table, chercher sur la ligne horizontale correspondant à la température T (exprimée en nombre entier), immédiatement inférieure à t °C, la plus petite masse volumique supérieure à  $\rho_t$ . Utiliser la différence tabulaire lue au-dessous de cette masse volumique pour calculer la masse volumique  $\rho$  à cette température T.

Sur la ligne de cette température T chercher la masse volumique  $\rho'$  immédiatement supérieure à  $\rho$  et calculer la différence entre ces deux masses volumiques  $\rho$  et  $\rho'$ . Cette différence est divisée par la différence tabulaire lue à la droite de la masse volumique  $\rho'$ . Le quotient donne la partie décimale du titre alcoométrique, tandis que la partie entière de

**▼ B**

ce titre est indiquée au sommet de la colonne dans laquelle se trouve la masse volumique  $\rho'$ .

Un exemple de calcul du titre alcoométrique est donné dans l'annexe I à ce chapitre.

*Remarque:*

Cette correction de température a été mise sur programme et peut être éventuellement effectuée automatiquement.

4.3.2. *Répétabilité (r)*

$r = 0,10$  % vol

4.3.3. *Reproductibilité (R)*

$R = 0,19$  % vol

**▼ M12**4.B. **Détermination du titre alcoométrique des vins à l'aide de la balance hydrostatique****▼ M11**1. **MÉTHODE DE MESURE**1.1. **Introduction**

Le titre alcoométrique volumique (TAV) des vins doit être mesuré avant leur commercialisation notamment pour la conformité aux règles d'étiquetage.

Le titre alcoométrique volumique est égal au nombre de litres d'éthanol contenus dans 100 litres de vin, ces volumes étant tous deux mesurés à la température de 20 °C. Son symbole est «% vol».

1.2. **Objet et domaine d'application**

La méthode de mesure décrite est la densimétrie utilisant une balance hydrostatique.

En référence aux dispositions réglementaires en vigueur, la température d'essai est arrêtée à 20 °C.

1.3. **Principe et définitions**

Le principe de la méthode consiste premièrement à distiller le vin de volume à volume. La méthode de distillation est décrite dans le présent chapitre. Cette distillation permet d'éliminer les substances non volatiles. Les homologues de l'éthanol, ainsi que l'éthanol et les homologues de l'éthanol engagés dans les esters, sont compris dans le titre alcoométrique, car ils se retrouvent dans le distillat.

Dans un deuxième temps on mesure la masse volumique du distillat obtenu. La masse volumique d'un liquide à une température donnée est égale au quotient de sa masse sur son volume:  $\rho = m/V$ , pour un vin elle s'exprime en g/ml.

Le titre alcoométrique des vins peut être mesuré par densimétrie sur balance hydrostatique suivant le principe d'Archimède selon lequel tout corps plongé dans un fluide subit une poussée verticale, dirigée de bas en haut, égale au poids du fluide déplacé.

1.4. **Réactifs**

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de classe 3 au minimum, répondant à la définition de la norme ISO 3696:1987.

1.4.1. *Solution de lavage du flotteur (hydroxyde de sodium, 30 % p/v).*

Pour préparer une solution de 100 ml, peser 30 g d'hydroxyde de sodium et porter au volume à l'aide d'éthanol à 96 % en volume.

▼ **M11****1.5. Appareillage et matériel**

Appareillage courant de laboratoire et notamment:

- 1.5.1. Balance hydrostatique mono plateau d'une sensibilité de 1 mg.
- 1.5.2. Flotteur d'un volume d'au moins 20 ml, spécialement adapté à la balance, suspendu par un fil d'un diamètre inférieur ou égal à 0,1 mm.
- 1.5.3. Éprouvette cylindrique comportant un repère de niveau. Le flotteur doit pouvoir occuper entièrement le volume de l'éprouvette situé au-dessous du repère; la surface du liquide ne peut être traversée que par le fil de suspension. L'éprouvette cylindrique doit avoir un diamètre intérieur supérieur d'au moins 6 mm à celui du flotteur.
- 1.5.4. Thermomètre (ou sonde de mesure de la température) gradué en degrés et dixièmes de degré, de 10 à 40 °C, étalonné à  $\pm 0,05$  °C près.
- 1.5.5. Poids étalonnés par un organisme de certification reconnu.

**1.6. Mode opératoire**

Entre chaque mesure, le flotteur et l'éprouvette doivent être nettoyés à l'eau distillée, essuyés avec un papier de laboratoire doux ne perdant pas ses fibres et rincés avec la solution dont la masse volumique est à déterminer. Les mesures doivent être effectuées dès que l'appareil a atteint sa stabilité afin de limiter les pertes d'alcool par évaporation.

**1.6.1. Étalonnage de la balance**

Bien que les balances soient généralement pourvues d'un système d'étalonnage interne, la balance hydrostatique doit pouvoir être étalonnée avec des poids contrôlés par un organisme de certification officiel.

**1.6.2. Étalonnage du flotteur**

- 1.6.2.1. Remplir l'éprouvette cylindrique jusqu'au repère avec de l'eau bidistillée (ou d'une pureté équivalente, par exemple de l'eau microfiltrée d'une conductivité de 18,2 M $\Omega$ /cm), dont la température sera comprise entre 15 et 25 °C, mais se situera de préférence à 20 °C.
- 1.6.2.2. Plonger le flotteur et le thermomètre dans le liquide, agiter, lire la masse volumique du liquide sur l'appareil et, si nécessaire, corriger cette lecture pour qu'elle soit égale à celle de l'eau à la température de la mesure.

**1.6.3. Contrôle à l'aide d'une solution hydro alcoolique**

- 1.6.3.1. Remplir l'éprouvette cylindrique jusqu'au repère avec un mélange hydro alcoolique de titre connu, dont la température sera comprise entre 15 et 25 °C, mais se situera de préférence à 20 °C.
- 1.6.3.2. Plonger le flotteur et le thermomètre dans le liquide, agiter, lire la masse volumique du liquide sur l'appareil (ou le titre alcoométrique si ce dernier le permet). Le titre alcoométrique ainsi établi doit être égal au titre alcoométrique précédemment déterminé.

*Remarque:* Cette solution de titre alcoométrique connu peut également remplacer l'eau bidistillée pour l'étalonnage du flotteur.

**1.6.4. Mesure de la masse volumique d'un distillat (ou de son titre alcoométrique si l'appareillage le permet)**

- 1.6.4.1. Verser l'échantillon pour essai dans l'éprouvette cylindrique jusqu'au repère de niveau.
- 1.6.4.2. Plonger le flotteur et le thermomètre dans le liquide, agiter, lire la masse volumique du liquide sur l'appareil (ou le titre alcoométrique si ce dernier le permet). Noter la température si la masse volumique est mesurée à t °C  $\rho_t$ .

▼ **M11**

1.6.4.3. Corriger  $\rho_t$  à l'aide de la table des masses volumiques  $\rho_t$  des mélanges hydro alcooliques (table II de l'annexe II du présent chapitre).

1.6.5. *Nettoyage du flotteur et de l'éprouvette cylindrique*

1.6.5.1. Plonger le flotteur dans la solution de lavage versée dans l'éprouvette.

1.6.5.2. Laisser tremper une heure en tournant le flotteur régulièrement.

1.6.5.3. Rincer abondamment à l'eau du robinet, puis à l'eau distillée.

1.6.5.4. Essuyer avec un papier de laboratoire doux ne perdant pas ses fibres.

Réaliser ces opérations lors de la première utilisation du flotteur, puis régulièrement dès que nécessaire.

1.6.6. *Résultat*

À l'aide de la masse volumique  $\rho_{20}$ , calculer le titre alcoométrique volumique réel en utilisant la table indiquant la valeur du titre alcoométrique volumique (% vol) à 20 °C en fonction de la masse volumique à 20 °C des mélanges hydro alcooliques. Il s'agit de la table internationale alcoométrique adoptée par l'Organisation internationale de métrologie légale dans sa recommandation n° 22.

2. COMPARAISON DES MESURES EFFECTUÉES À L'AIDE DE LA BALANCE HYDROSTATIQUE AVEC CELLES OBTENUES PAR DENSIMÉTRIE ÉLECTRONIQUE

À partir d'échantillons dont le titre alcoométrique est compris entre 4 % vol et 18 % vol, il a été procédé à la mesure de la répétabilité et de la reproductibilité après un essai inter laboratoire. Il s'agit d'une comparaison des mesures du titre alcoométrique de différents échantillons par la balance hydrostatique et par le densimètre électronique, incluant les valeurs de répétabilité et de reproductibilité dérivées des essais d'inter-comparaison pluriannuels effectués sur une grande échelle.

2.1. **Échantillons:**

Il s'agit de vins de différentes densités et titres alcoométriques préparés mensuellement à une échelle industrielle, tirés d'un stock de bouteilles conservées dans des conditions normales, et fournis de manière anonyme aux laboratoires.

2.2. **Laboratoires:**

Laboratoires participant aux essais mensuels organisés par Unione Italiana Vini (Verona, Italy) d'après la réglementation ISO 5725 (UNI 9225) et le «International Protocol of Proficiency test for chemical analysis laboratories» établi par l'AOAC, l'ISO et l'IUPAC, et d'après les lignes directrices ISO 43 and ILAC G13. Un rapport annuel est fourni par la société citée à tous les participants.

2.3. **Appareils:**

2.3.1. Une balance hydrostatique électronique (dont la précision permet de donner la 5<sup>e</sup> décimale de la densité) et éventuellement équipée d'un appareil de traitement de données.

2.3.2. Un densimètre électronique éventuellement équipé d'un passeur automatique d'échantillons.

2.4. **Analyses**

D'après les règles de validation des méthodes d'analyse, chaque échantillon est analysé deux fois consécutives pour la détermination du titre alcoométrique.



▼ **M11****2.5. Résultats**

Le tableau 1 montre les résultats de mesure obtenus par les laboratoires utilisant une balance hydrostatique.

Le tableau 2 montre les résultats obtenus par les laboratoires utilisant un densimètre électronique.

**2.6. Evaluations des résultats**

2.6.1. Les résultats des essais ont été examinés pour mettre en évidence l'erreur systématique individuelle ( $p < 0,025$ ) en utilisant successivement les tests de Cochran et de Grubbs, selon les procédures décrites dans le «Protocol international for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies».

2.6.2. *Répétabilité (r) et reproductibilité (R)*

Les calculs de répétabilité (r) et reproductibilité (R) définies par le protocole ont été effectués sur les résultats restant après élimination des valeurs aberrantes. Lors de l'évaluation d'une nouvelle méthode, il est fréquent qu'il n'existe pas de méthode de référence validée ou de méthode statutaire pour comparer les critères de précision; donc pour comparer les données de précision obtenues lors des essais collaboratifs on se réfère à des niveaux de précision «estimés». Ces niveaux «estimés» sont calculés d'après la formule d'Horwitz. La comparaison des résultats d'essais et les niveaux prévus indique si la méthode est suffisamment précise pour le niveau d'analyte mesuré. La valeur prédite d'Horwitz est calculée par la formule d'Horwitz

$$\text{RSDR} = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

où C = concentration mesurée d'analyte exprimée en décimales (e.g. 1 g/100 g = 0,01).

La valeur Horrat donne une comparaison de la précision actuelle déterminée avec la précision prédite par la formule d'Horwitz pour la méthode et au niveau particulier de concentration de l'analyte; elle est calculée comme suit:

$$\text{HoR} = \text{RSDR}(\text{mesuré})/\text{RSDR}(\text{Horwitz})$$

2.6.3. *Précision interlaboratoires*

Une valeur Horrat de 1 indique normalement une précision inter laboratoires satisfaisante, alors qu'une valeur supérieure à 2 indique normalement une précision non satisfaisante, i.e. une précision trop variable pour des raisons analytiques ou quand la variation obtenue est plus élevée que celle estimée pour la méthode employée. Hor est aussi calculé et utilisé pour déterminer la précision intra laboratoire en utilisant l'approximation suivante:

$$\text{RSDr}(\text{Horwitz}) = 0,66 \text{ RSDR}(\text{Horwitz}) \text{ (ce qui suppose l'approximation suivante: } r = 0,66 R \text{)}$$

Le tableau 3 montre les différences entre les mesures obtenues par les laboratoires utilisant le densimètre électronique et ceux utilisant la balance hydrostatique. En dehors de l'échantillon 2000/3 qui a un titre alcoométrique très faible et pour lequel les deux techniques montrent une faible reproductibilité, une bonne concordance est observée pour les autres échantillons.

2.6.4. *Paramètres de fidélité*

Le tableau 4 montre la moyenne générale des paramètres de fidélité calculée à partir de tous les essais mensuels qui se sont déroulés entre janvier 1999 et mai 2001.

En particulier:

Répétabilité (r) = 0,074 (% vol) pour la balance hydrostatique et 0,061 (% vol) pour la densimétrie électronique

Reproductibilité (R) = 0,229 (% vol) pour la balance hydrostatique et 0,174 (% vol) pour la densimétrie électronique.

▼ **M11**2.7. **Conclusion**

Les résultats concernant la détermination du titre alcoométrique d'une large gamme de vins montrent que les mesures effectuées avec la balance hydrostatique sont concordantes avec celles effectuées par densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion et que les valeurs des paramètres de validation sont proches pour les deux méthodes.

Légende des tableaux:

|                      |  |
|----------------------|--|
| — Moyenne            | moyenne des données utilisée dans les analyses statistiques  |
| — N                  | nombre total des groupes de données soumis   |
| — Nc                 | nombre de résultats exclus des analyses statistiques pour raison de non-conformité   |
| — Valeurs aberrantes | nombre de résultats exclus des analyses statistiques après la détermination des valeurs aberrantes par les tests de Cochran ou Grubbs                            |
| — n1                 | nombre de résultats utilisés dans les analyses statistiques  |
| — R                  | limite de répétabilité   |
| — Sr                 | écart type de répétabilité   |
| — RSDr               | écart type relatif de répétabilité ( $Sr \times 100/\text{Moyenne}$ )  |
| — Hor                | la valeur HORRAT pour la répétabilité est le RSD observé divisé par la valeur RSDr estimée par la formule de Horwitz utilisant l'approximation $r = 0,66R$       |
| — R                  | limite de reproductibilité   |
| — sR                 | écart type de reproductibilité   |
| — HoR                | la valeur HORRAT de reproductibilité est la valeur de RSDR observée divisé par le RSDR calculé à partir de $\text{HoR} = \text{RSDR}(\text{mesuré})/\text{RSDR}$ |

Tableau 1: Balance hydrostatique (HB)

|         | Moyenne | n  | Aberrants | n1 | R      | Sr     | RSDr   | Hor    | R      | sR     | RSDR    | HoR  | Nombre de double analyse | Différence CrD95 |
|---------|---------|----|-----------|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|------|--------------------------|------------------|
| 1999/1  | 11,043  | 17 | 1         | 16 | 0,0571 | 0,0204 | 0,1846 | 0,1004 | 0,1579 | 0,0564 | 0,5107  | 0,18 | 2                        | 0,1080           |
| 1999/2  | 11,247  | 14 | 1         | 13 | 0,0584 | 0,0208 | 0,1854 | 0,1011 | 0,1803 | 0,0644 | 0,5727  | 0,21 | 2                        | 0,1241           |
| 1999/3  | 11,946  | 16 | 0         | 16 | 0,0405 | 0,0145 | 0,1211 | 0,0666 | 0,1593 | 0,0569 | 0,4764  | 0,17 | 2                        | 0,1108           |
| 1999/4  | 7,653   | 17 | 1         | 16 | 0,0502 | 0,0179 | 0,2344 | 0,1206 | 0,1537 | 0,0549 | 0,7172  | 0,24 | 2                        | 0,1057           |
| 1999/5  | 11,188  | 17 | 0         | 17 | 0,0871 | 0,0311 | 0,2780 | 0,1515 | 0,2701 | 0,0965 | 0,8622  | 0,31 | 2                        | 0,1860           |
| 1999/6  | 11,276  | 19 | 0         | 19 | 0,0846 | 0,0302 | 0,2680 | 0,1462 | 0,2957 | 0,1056 | 0,9365  | 0,34 | 2                        | 0,2047           |
| 1999/7  | 8,018   | 17 | 0         | 17 | 0,0890 | 0,0318 | 0,3964 | 0,2054 | 0,2573 | 0,0919 | 1,1462  | 0,39 | 2                        | 0,1764           |
| 1999/9  | 11,226  | 17 | 0         | 17 | 0,0580 | 0,0207 | 0,1846 | 0,1423 | 0,2796 | 0,0999 | 0,8896  | 0,45 | 2                        | 0,1956           |
| 1999/10 | 11,026  | 17 | 0         | 17 | 0,0606 | 0,0216 | 0,1961 | 0,1066 | 0,2651 | 0,0947 | 0,8588  | 0,31 | 2                        | 0,1850           |
| 1999/11 | 7,701   | 16 | 1         | 15 | 0,0643 | 0,0229 | 0,2980 | 0,1535 | 0,2330 | 0,0832 | 1,0805  | 0,37 | 2                        | 0,1616           |
| 1999/12 | 10,987  | 17 | 2         | 15 | 0,0655 | 0,0234 | 0,2128 | 0,1156 | 0,1258 | 0,0449 | 0,4089  | 0,15 | 2                        | 0,0827           |
| 2000/1  | 11,313  | 16 | 0         | 16 | 0,0986 | 0,0352 | 0,3113 | 0,1699 | 0,2577 | 0,0920 | 0,8135  | 0,29 | 2                        | 0,1754           |
| 2000/2  | 11,232  | 17 | 0         | 17 | 0,0859 | 0,0307 | 0,2731 | 0,1489 | 0,2535 | 0,0905 | 0,8060  | 0,29 | 2                        | 0,1740           |
| 2000/3  | 0,679   | 10 | 0         | 10 | 0,0680 | 0,0243 | 3,5773 | 1,2783 | 0,6529 | 0,2332 | 34,3395 | 8,10 | 2                        | 0,4604           |
| 2000/4  | 11,223  | 18 | 0         | 18 | 0,0709 | 0,0253 | 0,2257 | 0,1230 | 0,2184 | 0,0780 | 0,6951  | 0,25 | 2                        | 0,1503           |
| 2000/5  | 7,439   | 19 | 1         | 18 | 0,0630 | 0,0225 | 0,3023 | 0,1549 | 0,1522 | 0,0544 | 0,7307  | 0,25 | 2                        | 0,1029           |
| 2000/6  | 11,181  | 19 | 0         | 19 | 0,0536 | 0,0191 | 0,1710 | 0,0932 | 0,2783 | 0,0994 | 0,8890  | 0,32 | 2                        | 0,1950           |
| 2000/7  | 10,858  | 16 | 0         | 16 | 0,0526 | 0,0188 | 0,1731 | 0,0939 | 0,1827 | 0,0653 | 0,6011  | 0,22 | 2                        | 0,1265           |
| 2000/9  | 12,031  | 17 | 1         | 16 | 0,0602 | 0,0215 | 0,1787 | 0,0985 | 0,2447 | 0,0874 | 0,7263  | 0,26 | 2                        | 0,1704           |
| 2000/10 | 11,374  | 18 | 0         | 18 | 0,0814 | 0,0291 | 0,2555 | 0,1395 | 0,2701 | 0,0965 | 0,8482  | 0,31 | 2                        | 0,1866           |
| 2000/11 | 7,644   | 18 | 0         | 18 | 0,0827 | 0,0295 | 0,3863 | 0,1988 | 0,2289 | 0,0817 | 1,0694  | 0,36 | 2                        | 0,1565           |
| 2000/12 | 11,314  | 19 | 1         | 18 | 0,0775 | 0,0277 | 0,2447 | 0,1336 | 0,2421 | 0,0864 | 0,7641  | 0,28 | 2                        | 0,1667           |
| 2001/1  | 11,415  | 19 | 0         | 19 | 0,0950 | 0,0339 | 0,2971 | 0,1623 | 0,2410 | 0,0861 | 0,7539  | 0,27 | 2                        | 0,1636           |
| 2001/2  | 11,347  | 19 | 0         | 19 | 0,0792 | 0,0283 | 0,2493 | 0,1361 | 0,1944 | 0,0694 | 0,6119  | 0,22 | 2                        | 0,1316           |

|        | Moyenne | n  | Aberrants | n1 | R      | Sr     | RSDr   | Hor    | R      | sR     | RSDR   | HoR  | Nombre de double analyse | Différence CrD95 |
|--------|---------|----|-----------|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|------|--------------------------|------------------|
| 2001/3 | 11,818  | 16 | 0         | 16 | 0,0659 | 0,0235 | 0,1990 | 0,1093 | 0,2636 | 0,0941 | 0,7965 | 0,29 | 2                        | 0,1834           |
| 2001/4 | 11,331  | 17 | 0         | 17 | 0,1067 | 0,0381 | 0,3364 | 0,1836 | 0,1895 | 0,0677 | 0,5971 | 0,22 | 2                        | 0,1229           |
| 2001/5 | 8,063   | 19 | 1         | 18 | 0,0782 | 0,0279 | 0,3465 | 0,1797 | 0,1906 | 0,0681 | 0,8442 | 0,29 | 2                        | 0,1290           |

Tableau 2: Densimètre électronique (ED)

|          | Moyenne n1 | n  | A aberrants | n1 | r      | sr     | RSDr   | Hor    | R      | sR     | RSDR    | HoR   | Nombre de double analyse | Différence CrD95 |
|----------|------------|----|-------------|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|-------|--------------------------|------------------|
| D1999/1  | 11,019     | 18 | 1           | 17 | 0,0677 | 0,0242 | 0,2196 | 0,1193 | 0,1996 | 0,0713 | 0,6470  | 0,23  | 2                        | 0,1370           |
| D1999/2  | 11,245     | 19 | 2           | 17 | 0,0448 | 0,0160 | 0,1423 | 0,0776 | 0,1311 | 0,0468 | 0,4165  | 0,15  | 2                        | 0,0900           |
| D1999/3  | 11,967     | 21 | 0           | 21 | 0,0701 | 0,0250 | 0,2091 | 0,1151 | 0,1552 | 0,0554 | 0,4631  | 0,17  | 2                        | 0,1040           |
| D1999/4  | 7,643      | 19 | 1           | 18 | 0,0610 | 0,0218 | 0,2852 | 0,1467 | 0,1340 | 0,0479 | 0,6262  | 0,21  | 2                        | 0,0897           |
| D1999/5  | 11,188     | 21 | 3           | 18 | 0,0260 | 0,0093 | 0,0829 | 0,0452 | 0,2047 | 0,0731 | 0,6536  | 0,24  | 2                        | 0,1442           |
| D1999/6  | 11,303     | 21 | 0           | 21 | 0,0652 | 0,0233 | 0,2061 | 0,1125 | 0,1466 | 0,0523 | 0,4631  | 0,17  | 2                        | 0,0984           |
| D1999/7  | 8,026      | 21 | 0           | 21 | 0,0884 | 0,0316 | 0,3935 | 0,2039 | 0,1708 | 0,0610 | 0,7600  | 0,26  | 2                        | 0,1124           |
| D1999/9  | 11,225     | 17 | 0           | 17 | 0,0372 | 0,0133 | 0,1183 | 0,0645 | 0,1686 | 0,0602 | 0,5366  | 0,19  | 2                        | 0,1178           |
| D1999/10 | 11,011     | 19 | 0           | 19 | 0,0915 | 0,0327 | 0,2969 | 0,1613 | 0,1723 | 0,0615 | 0,5588  | 0,20  | 2                        | 0,1129           |
| D1999/11 | 7,648      | 21 | 1           | 20 | 0,0615 | 0,0220 | 0,2872 | 0,1478 | 0,1538 | 0,0549 | 0,7183  | 0,24  | 2                        | 0,1043           |
| D1999/12 | 10,999     | 16 | 1           | 15 | 0,0428 | 0,0153 | 0,1389 | 0,0755 | 0,2015 | 0,0720 | 0,6541  | 0,23  | 2                        | 0,1408           |
| D2000/1  | 11,248     | 22 | 1           | 21 | 0,0697 | 0,0249 | 0,2212 | 0,1206 | 0,1422 | 0,0508 | 0,4516  | 0,16  | 2                        | 0,0944           |
| D2000/2  | 11,240     | 19 | 3           | 16 | 0,0448 | 0,0160 | 0,1424 | 0,0776 | 0,1619 | 0,0578 | 0,5145  | 0,19  | 2                        | 0,1123           |
| D2000/3  | 0,526      | 12 | 1           | 11 | 0,0327 | 0,0117 | 2,2185 | 0,7630 | 0,9344 | 0,3337 | 63,4009 | 14,39 | 2                        | 0,6605           |
| D2000/4  | 11,225     | 19 | 1           | 18 | 0,0476 | 0,0170 | 0,1514 | 0,0825 | 0,1350 | 0,0482 | 0,4295  | 0,15  | 2                        | 0,0924           |
| D2000/5  | 7,423      | 21 | 0           | 21 | 0,0628 | 0,0224 | 0,3019 | 0,1547 | 0,2635 | 0,0941 | 1,2677  | 0,43  | 2                        | 0,1836           |
| D2000/6  | 11,175     | 23 | 2           | 21 | 0,0606 | 0,0217 | 0,1938 | 0,1056 | 0,1697 | 0,0606 | 0,5424  | 0,20  | 2                        | 0,1161           |
| D2000/7  | 10,845     | 21 | 5           | 16 | 0,0440 | 0,0157 | 0,1449 | 0,0786 | 0,1447 | 0,0517 | 0,4766  | 0,17  | 2                        | 0,0999           |
| D2000/9  | 11,983     | 22 | 1           | 21 | 0,0841 | 0,0300 | 0,2507 | 0,1380 | 0,2410 | 0,0861 | 0,7183  | 0,26  | 2                        | 0,1651           |
| D2000/10 | 11,356     | 22 | 1           | 21 | 0,0635 | 0,0227 | 0,1997 | 0,1090 | 0,1865 | 0,0666 | 0,5866  | 0,21  | 2                        | 0,1280           |
| D2000/11 | 7,601      | 27 | 0           | 27 | 0,0521 | 0,0186 | 0,2448 | 0,1258 | 0,1685 | 0,0602 | 0,7916  | 0,27  | 2                        | 0,1162           |
| D2000/12 | 11,322     | 25 | 1           | 24 | 0,0476 | 0,0170 | 0,1503 | 0,0820 | 0,1594 | 0,0569 | 0,5028  | 0,18  | 2                        | 0,1102           |
| D2001/1  | 11,427     | 29 | 0           | 29 | 0,0706 | 0,0252 | 0,2207 | 0,1206 | 0,1526 | 0,0545 | 0,4771  | 0,17  | 2                        | 0,1020           |
| D2001/2  | 11,320     | 29 | 1           | 28 | 0,0675 | 0,0241 | 0,2128 | 0,1161 | 0,1570 | 0,0561 | 0,4952  | 0,18  | 2                        | 0,1057           |
| D2001/3  | 11,826     | 34 | 1           | 33 | 0,0489 | 0,0175 | 0,1476 | 0,0811 | 0,1762 | 0,0629 | 0,5322  | 0,19  | 2                        | 0,1222           |

|         | Moyenne nI | n  | Aberrants | nI | r      | sr     | RSDr   | Hor    | R      | sR     | RSDR   | HoR  | Nombre de double analyse | Différence CrD95 |
|---------|------------|----|-----------|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|------|--------------------------|------------------|
| D2001/4 | 11,339     | 31 | 2         | 29 | 0,0639 | 0,0228 | 0,2012 | 0,1099 | 0,1520 | 0,0543 | 0,4788 | 0,17 | 2                        | 0,1026           |
| D2001/5 | 8,058      | 28 | 0         | 28 | 0,0473 | 0,0169 | 0,2098 | 0,1088 | 0,2025 | 0,0723 | 0,8976 | 0,31 | 2                        | 0,1412           |

Tableau 3: Comparaison des résultats entre la balance hydrostatique (BH) et la densimétrie électronique (DE)

|         | Moyenne (HB) | n  | A aberrants | n1 |          | Moyenne (ED) | n  | A aberrants | n1     | $\Delta TAV(HB - ED)$ |
|---------|--------------|----|-------------|----|----------|--------------|----|-------------|--------|-----------------------|
| 1999/1  | 11,043       | 17 | 1           | 16 | D1999/1  | 11,019       | 18 | 1           | 17     | 0,024                 |
| 1999/2  | 11,247       | 14 | 1           | 13 | D1999/2  | 11,245       | 19 | 2           | 17     | 0,002                 |
| 1999/3  | 11,946       | 16 | 0           | 16 | D1999/3  | 11,967       | 21 | 0           | 21     | -0,021                |
| 1999/4  | 7,653        | 17 | 1           | 16 | D1999/4  | 7,643        | 19 | 1           | 18     | 0,010                 |
| 1999/5  | 11,188       | 17 | 0           | 17 | D1999/5  | 11,188       | 21 | 3           | 18     | 0,000                 |
| 1999/6  | 11,276       | 19 | 0           | 19 | D1999/6  | 11,303       | 21 | 0           | 21     | -0,028                |
| 1999/7  | 8,018        | 17 | 0           | 17 | D1999/7  | 8,026        | 21 | 0           | 21     | -0,008                |
| 1999/9  | 11,226       | 17 | 0           | 17 | D1999/9  | 11,225       | 17 | 0           | 17     | 0,002                 |
| 1999/10 | 11,026       | 17 | 0           | 17 | D1999/10 | 11,011       | 19 | 0           | 19     | 0,015                 |
| 1999/11 | 7,701        | 16 | 1           | 15 | D1999/11 | 7,648        | 21 | 1           | 20     | 0,052                 |
| 1999/12 | 10,987       | 17 | 2           | 15 | D1999/12 | 10,999       | 16 | 1           | 15     | -0,013                |
| 2000/1  | 11,313       | 16 | 0           | 16 | D2000/1  | 11,248       | 22 | 1           | 21     | 0,065                 |
| 2000/2  | 11,232       | 17 | 0           | 17 | D2000/2  | 11,240       | 19 | 3           | 16     | -0,008                |
| 2000/3  | 0,679        | 10 | 0           | 10 | D2000/3  | 0,526        | 12 | 1           | 11 (*) | 0,153                 |
| 2000/4  | 11,223       | 18 | 0           | 18 | D2000/4  | 11,225       | 19 | 1           | 18     | -0,002                |
| 2000/5  | 7,439        | 19 | 1           | 18 | D2000/5  | 7,423        | 21 | 0           | 21     | 0,016                 |
| 2000/6  | 11,181       | 19 | 0           | 19 | D2000/6  | 11,175       | 23 | 2           | 21     | 0,006                 |
| 2000/7  | 10,858       | 16 | 0           | 16 | D2000/7  | 10,845       | 21 | 5           | 16     | 0,013                 |
| 2000/9  | 12,031       | 17 | 1           | 16 | D2000/9  | 11,983       | 22 | 1           | 21     | 0,049                 |
| 2000/10 | 11,374       | 18 | 0           | 18 | D2000/10 | 11,356       | 22 | 1           | 21     | 0,018                 |
| 2000/11 | 7,644        | 18 | 0           | 18 | D2000/11 | 7,601        | 27 | 0           | 27     | 0,043                 |
| 2000/12 | 11,314       | 19 | 1           | 18 | D2000/12 | 11,322       | 25 | 1           | 24     | -0,008                |
| 2001/1  | 11,415       | 19 | 0           | 19 | D2001/1  | 11,427       | 29 | 0           | 29     | -0,012                |
| 2001/2  | 11,347       | 19 | 0           | 19 | D2001/2  | 11,320       | 29 | 1           | 28     | 0,027                 |
| 2001/3  | 11,818       | 16 | 0           | 16 | D2001/3  | 11,826       | 34 | 1           | 33     | -0,008                |

▼ **M11**

|                                   | Moyenne (HB) | n  | A aberrants | n1 |         | Moyenne (ED) | n  | A aberrants | n1 | $\Delta TAV(HB - ED)$ |
|-----------------------------------|--------------|----|-------------|----|---------|--------------|----|-------------|----|-----------------------|
| 2001/4                            | 11,331       | 17 | 0           | 17 | D2001/4 | 11,339       | 31 | 2           | 29 | - 0,008               |
| 2001/5                            | 8,063        | 19 | 1           | 18 | D2001/5 | 8,058        | 28 | 0           | 28 | 0,004                 |
| Différence générale/TAV (HB - ED) |              |    |             |    |         |              |    |             |    |                       |
| Écart type sur la différence      |              |    |             |    |         |              |    |             |    |                       |
| 0,014                             |              |    |             |    |         |              |    |             |    |                       |
| 0,036                             |              |    |             |    |         |              |    |             |    |                       |

(\*) L'essai 2000/3 n'est pas pris en compte.



▼ **M11****Tableau 4: Paramètres de fidélité**

|                                       | Balance hydrosta-<br>tique | Densimétrie électro-<br>nique |
|---------------------------------------|----------------------------|-------------------------------|
| n1                                    | 441                        | 557                           |
| variance relative de répétabilité     | 0,309                      | 0,267                         |
| R                                     | 0,074                      | 0,061                         |
| Sr                                    | 0,026                      | 0,022                         |
| variance relative de reproductibilité | 2,948                      | 2,150                         |
| R                                     | 0,229                      | 0,174                         |
| sR                                    | 0,082                      | 0,062                         |

▼ **M12**4.C. **Détermination du titre alcoométrique volumique des vins par densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion**

## 1. Méthode de mesure

1.1. **Titre et introduction**

Le titre alcoométrique volumique (TAV) des vins doit être mesuré avant leur commercialisation notamment pour se conformer aux règles d'étiquetage.

Le titre alcoométrique volumique est défini au point 1 du présent chapitre.

1.2. **Objet et domaine d'application**

La méthode de mesure décrite est la densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion.

En référence aux dispositions réglementaires en vigueur, la température d'essai est arrêtée à 20 °C.

1.3. **Principe et définitions**

Le principe de la méthode consiste premièrement à distiller le vin de volume à volume. La méthode de distillation est décrite au point 3 du présent chapitre. Cette distillation permet d'éliminer les substances non volatiles. Les homologues de l'éthanol, ainsi que l'éthanol et les homologues de l'éthanol engagés dans les esters, sont compris dans le titre alcoométrique, car ils se retrouvent dans le distillat.

Dans un deuxième temps on mesure la masse volumique du distillat obtenu. La masse volumique d'un liquide à une température donnée est égale au quotient de sa masse sur son volume:

$$\rho = m/V, \text{ pour un vin, elle s'exprime en g/ml.}$$

Pour une solution hydroalcoolique telle qu'un distillat, en connaissant la température, des tables permettent de faire correspondre à une masse volumique un titre alcoométrique. Ce titre alcoométrique correspond à celui du vin (distillation de volume à volume).

Dans la présente méthode, la masse volumique du distillat est mesurée par densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion. Le principe consiste à mesurer la période d'oscillation d'un tube contenant l'échantillon soumis à une excitation électromagnétique. La masse volumique est alors calculée, elle est liée à la période d'oscillation par la formule suivante:

$$\rho = T^2 \times \left( \frac{C}{4\pi^2 V} \right) - \left( \frac{M}{V} \right) \quad (1)$$

$\rho$  = masse volumique de l'échantillon

T = période de vibration induite

M = masse du tube vide

C = constante de rappel

V = volume de l'échantillon en vibration.

Cette relation est de la forme,  $\rho = A T^2 - B$  (2); il existe donc une relation linéaire entre la masse volumique et la période

▼ **M12**

élevée au carré. Les constantes A et B sont spécifiques de chaque oscillateur et sont estimées en mesurant la période de fluides de masse volumique connue.

#### 1.4. Réactifs et produits

##### 1.4.1. Fluides de référence

Deux fluides de référence servent à ajuster le densimètre. Les masses volumiques des fluides de référence doivent encadrer celles des distillats à mesurer. Un écart de masse volumique entre les fluides de référence supérieur à 0,01000 g/ml est recommandé. Leur masse volumique doit être connue avec une incertitude inférieure à  $\pm 0,00005$  g/ml, pour une température de 20,00  $\pm$  0,05 °C.

Pour la mesure du TAV des vins par densimètre électronique les fluides de référence sont:

- l'air sec (non pollué),
- l'eau de classe 3 au minimum, répondant à la définition de la norme ISO 3696:1987,
- des solutions hydroalcooliques de masse volumique de référence,
- des solutions raccordées aux étalons nationaux de viscosité inférieure à 2 mm<sup>2</sup>/s.

##### 1.4.2. Produits de nettoyage et de séchage

- détergents, acides,
- solvants organiques: éthanol 96 % vol, acétone pur.

#### 1.5. Appareillage

##### 1.5.1. Densimètre électronique à résonateur de flexion

Le densimètre électronique comporte les éléments suivants:

- une cellule de mesure comportant le tube de mesure et une enceinte thermostatée,
- un système de mise en oscillation du tube et de mesure de la période d'oscillation,
- une horloge,
- un afficheur numérique et éventuellement un calculateur.

Le densimètre est placé sur un support parfaitement stable et est isolé de toutes vibrations.

##### 1.5.2. Contrôle de la température de la cellule de mesure

Le tube de mesure est situé dans une enceinte thermostatée. La stabilité de la température doit être meilleure que  $\pm 0,02$  °C.

Lorsque le densimètre le permet, il est nécessaire de contrôler la température de la cellule de mesure car celle-ci influence fortement les résultats des déterminations. La masse volumique d'une solution hydroalcoolique de TAV 10 % vol, est de 0,98471 g/ml à 20 °C et de 0,98447 g/ml à 21 °C soit un écart de 0,00024 g/ml.

La température d'essai est arrêtée à 20 °C. La mesure de température au niveau de la cellule est réalisée avec un thermomètre de résolution de moins de 0,01 °C et raccordé aux étalons nationaux. Il doit garantir une mesure de température d'incertitude inférieure à  $\pm 0,07$  °C.

##### 1.5.3. Calibration de l'appareil

L'appareil doit être calibré avant sa première utilisation, puis tous les six mois ou si la vérification ne donne pas satisfaction. L'objectif est d'utiliser deux fluides de référence pour calculer les constantes A et B [voir relation (2)]. Pour la réalisation pratique de la calibration se référer au mode d'emploi de l'appareil. En principe cette calibration est effectuée avec de l'air sec (tenir compte de la pression atmosphérique) et de l'eau très pure (bidistillée et/ou microfiltrée de résistivité très élevée > 18 M $\Omega$ ).

▼ **M12**1.5.4. *Vérification de la calibration*

Pour vérifier la calibration, on mesure la masse volumique de fluides de référence.

Chaque jour, une vérification de la masse volumique de l'air est réalisée. Un écart entre la masse volumique théorique et celle observée supérieur à 0,00008 g/ml peut indiquer que le tube est encrassé. Il faut alors le nettoyer. Après nettoyage, on vérifie à nouveau la masse volumique de l'air; si cette vérification n'est pas concluante, il faut ajuster l'appareil.

On vérifie également la masse volumique de l'eau; si l'écart entre la masse volumique théorique et celle observée est supérieur à 0,00008 g/ml, on ajuste l'appareil.

Si la vérification de la température de la cellule est difficile, il est possible de vérifier directement la masse volumique d'une solution hydroalcoolique de TAV comparable à ceux des distillats analysés.

1.5.5. *Contrôle*

Lorsque la différence entre la masse volumique théorique d'une solution de référence (connue avec une incertitude de +/- 0,00005 g/ml) et la mesure est supérieure à 0,00008 g/ml, il faut vérifier la température de la cellule.

1.6. **Échantillonnage et préparation des échantillons**

(voir point 3 «Obtention du distillat» du présent chapitre)

1.7. **Mode opératoire**

Après obtention du distillat, on mesure sa masse volumique ou son TAV par densimétrie.

L'opérateur s'assure de la stabilité de la température de la cellule de mesure. Le distillat dans la cellule du densimètre ne doit pas contenir de bulles d'air et doit être homogène. Si l'on dispose d'un système d'éclairage qui permet de vérifier l'absence de bulles, l'éteindre rapidement après la vérification car la chaleur générée par la lampe influe sur la température de mesure.

Si l'appareil ne donne que la période, on calcule la masse volumique grâce aux constantes A et B (voir point 1.3). Si l'appareil ne donne pas directement le TAV, en connaissant la masse volumique on obtient ce TAV à l'aide des tables.

1.8. **Expression des résultats**

Le titre alcoométrique volumique du vin est celui obtenu pour le distillat. Il est exprimé en «% vol».

Si les conditions de température ne sont pas respectées, il est nécessaire de réaliser une correction pour l'exprimer à 20 °C. Le résultat est donné avec deux décimales.

1.9. **Remarques**

Le volume introduit dans la cellule doit être suffisamment important afin d'éviter une éventuelle contamination provoquée par l'échantillon précédent. Il est donc nécessaire de réaliser au moins deux déterminations. Si celles-ci ne donnent pas des résultats inclus dans la limite de répétabilité, une troisième détermination est nécessaire. Généralement les résultats des deux dernières déterminations sont homogènes et on élimine la première valeur.

1.10. **Fidélité**

Pour des échantillons de TAV compris entre 4 et 18 % vol.

$$\text{Répétabilité (r)} = 0,067 (\% \text{ vol}),$$

$$\text{Reproductibilité (R)} = 0,0454 + 0,0105 \times \text{TAV}.$$

2. **Essai interlaboratoires. Fidélité et exactitude sur ajout**

Les caractéristiques de performance de la méthode qui sont indiquées au point 1.10 proviennent d'un essai interlaboratoires réalisé conformément aux procédures établies au niveau international, sur 6 échantillons et par 11 laboratoires.

▼ M12

Tous les détails et les calculs de répétabilité et de reproductibilité effectués dans cet essai sont décrits dans le chapitre «TITRE ALCOOMÉTRIQUE VOLUMIQUE» (point 4.B.2) du «Recueil international des méthodes d'analyses» de l'Organisation internationale de la vigne et du vin (édition 2004).

▼ M8▼ B

## 6. EXEMPLE DE CALCUL DU TITRE ALCOOMÉTRIQUE D'UN VIN

## 6.1. Pycnométrie sur balance à deux plateaux

6.1.1. Les constantes du pycnomètre ont été déterminées et calculées comme il est indiqué au chapitre 1 (sous point 6.1.1) «Masse volumique et densité relative».

6.1.2. *Pesée du pycnomètre plein de distillat*

Exemple numérique

$$\text{Tare} = \text{pycnomètre} + \text{distillat à } t \text{ °C} + p'' \left\{ \begin{array}{l} t \text{ °C} = 18,90 \text{ °C} \\ t \text{ °C corrigé} = 18,70 \text{ °C} \\ p'' = 2,8074 \text{ g} \end{array} \right.$$

$$p + m - p'' = \text{masse du distillat à } t \text{ °C} \quad 105,0698 - 2,8074 = 102,2624 \text{ g}$$

Masse volumique apparente à  $t \text{ °C}$

$$\rho_t = \frac{p + m - p''}{\text{volume du pycnomètre à } 20 \text{ °C}} \left\{ \begin{array}{l} \rho_{18,70 \text{ °C}} = \frac{102,2624}{104,0229} = 0,983076 \end{array} \right.$$

6.1.3. *Calcul du titre alcoométrique*

Se reporter à la table des masses volumiques apparentes des mélanges hydroalcooliques à différentes températures, comme il est indiqué plus haut

Sur la ligne  $18 \text{ °}$  de la table des masses volumiques apparentes, la plus petite masse supérieure à la masse observée  $0,983076$  est  $0,98398$ , dans la colonne  $11 \text{ ‰}$

La masse volumique à  $18 \text{ °}$  est:

$$(98\,307,6 + 0,7 \times 22) \cdot 10^{-5} = 0,98323$$

$$0,98398 - 0,98323 = 0,00075$$

La partie décimale du degré alcoolique est  $75/114 = 0,65$

Le titre alcoométrique est:  $11,65 \text{ ‰ vol.}$

## 6.2. Pycnométrie sur balance monoplateau

6.2.1. Les constantes du pycnomètre ont été déterminées et calculées au chapitre 1 «Masse volumique et densité relative» en 6.2.1.

6.2.2. *Pesée du pycnomètre plein de distillat*

Poids du flacon tare au moment de la détermination (en grammes):

$$T_1 = 171,9178$$

Pycnomètre plein de distillat à  $20,50 \text{ °C}$  (en grammes):

$$P_2 = 167,8438$$

Variation de la poussée de l'air:

$$\begin{aligned} dT &= 171,9178 - 171,9160 \\ &= + 0,0018 \end{aligned}$$

Masse du distillat à  $20,50 \text{ °C}$ :

$$\begin{aligned} L_t &= 167,8438 - (67,6695 + 0,0018) \\ &= 100,1725 \end{aligned}$$

Masse volumique apparente du distillat:

$$\rho_{20,50 \text{ °C}} = \frac{100,1725}{101,8194} = 0,983825$$

**▼B**6.2.3. *Calcul du titre alcoométrique*

Se reporter à la table des masses volumiques apparentes des mélanges hydroalcooliques à différentes températures, comme il est indiqué plus haut

Sur la ligne 20 ° 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 %.

La masse volumique à 20 °C est:  
 $(98\,382,5 + 0,50 \times 24) 10^{-5} = 0,983945$   
 $0,98471 - 0,983945 = 0,000765$

La partie décimale du titre alcoométrique est  $76,5/119 = 0,64$

Le titre alcoométrique est: 10,64 % vol.

## ▼B

## FORMULE PERMETTANT DE CALCULER LES TABLES ALCOOMÉTRIQUES DES MÉLANGES D'ALCOOL ÉTHYLIQUE ET D'EAU

La masse volumique « $\rho$ », exprimée en kilogrammes par mètre cube (kg/m<sup>3</sup>) d'un mélange d'alcool éthylique et d'eau à la température  $t$ , exprimée en degrés Celsius, est donnée par la formule suivante en fonction:

- du titre massique  $p$  exprimé par un nombre décimal <sup>(1)</sup>,
  - de la température  $t$  exprimée en degrés Celsius (E. I. P. T. 68),
  - des coefficients numériques ci-après:
- La formule est valable pour les températures comprises entre  $-20$  °C et  $+40$  °C.

$$\rho = A_1 + \sum_{k=2}^{12} A_k p^{k-1} + \sum_{k=1}^6 B_k (t - 20 \text{ °C})^k + \sum_{i=1}^n \sum_{k=1}^m C_{i,k} p^{k(t-20 \text{ °C})^i}$$

$$n = 5 \quad m_3 = 9$$

$$m_1 = 11 \quad m_4 = 4$$

$$m_2 = 10 \quad m_5 = 2$$

Coefficients numériques de la formule

| $k$ | $A_k$<br>kg/m <sup>3</sup>                          | $B_k$  |   |
|-----|---|--|---|
| 1   | 9,982 012 300 · 10 <sup>2</sup>                     | - 2,061 851 3 · 10 <sup>-1</sup> kg/(m <sup>3</sup> · °C)                |   |
| 2   | - 1,929 769 495 · 10 <sup>2</sup>                   | - 5,268 254 2 · 10 <sup>-3</sup> kg/(m <sup>3</sup> · °C <sup>2</sup> )  |   |
| 3   | 3,891 238 958 · 10 <sup>2</sup>                     | 3,613 001 3 · 10 <sup>-5</sup> kg/(m <sup>3</sup> · °C <sup>3</sup> )    |   |
| 4   | - 1,668 103 923 · 10 <sup>3</sup>                   | - 3,895 770 2 · 10 <sup>-7</sup> kg/(m <sup>3</sup> · °C <sup>4</sup> )  |   |
| 5   | 1,352 215 441 · 10 <sup>4</sup>                     | 7,169 354 0 · 10 <sup>-9</sup> kg/(m <sup>3</sup> · °C <sup>5</sup> )    |   |
| 6   | - 8,829 278 388 · 10 <sup>4</sup>                   | - 9,973 923 1 · 10 <sup>-11</sup> kg/(m <sup>3</sup> · °C <sup>6</sup> ) |   |
| 7   | 3,062 874 042 · 10 <sup>5</sup>                     |  |   |
| 8   | - 6,138 381 234 · 10 <sup>5</sup>                   |  |   |
| 9   | 7,470 172 998 · 10 <sup>5</sup>                     |  |   |
| 10  | - 5,478 461 354 · 10 <sup>5</sup>                   |  |   |
| 11  | 2,234 460 334 · 10 <sup>5</sup>                     |  |   |
| 12  | - 3,903 285 426 · 10 <sup>4</sup>                   |  |   |
| $k$ | $C_{1,k}$<br>kg/(m <sup>3</sup> · °C)               | $C_{2,k}$<br>kg/(m <sup>3</sup> · °C <sup>2</sup> )                      |   |
| 1   | 1,693 443 461 530 087 · 10 <sup>-1</sup>            | - 1,193 013 005 057 010 · 10 <sup>-2</sup>                               |   |
| 2   | - 1,046 914 743 455 169 · 10 <sup>1</sup>           | 2,517 399 633 803 461 · 10 <sup>-1</sup>                                 |   |
| 3   | 7,196 353 469 546 523 · 10 <sup>1</sup>             | - 2,170 575 700 536 993  |   |
| 4   | - 7,047 478 054 272 792 · 10 <sup>2</sup>           | 1,353 034 988 843 029 · 10 <sup>1</sup>                                  |   |
| 5   | 3,924 090 430 035 045 · 10 <sup>3</sup>             | - 5,029 988 758 547 014 · 10 <sup>1</sup>                                |   |
| 6   | - 1,210 164 659 068 747 · 10 <sup>4</sup>           | 1,096 355 666 577 570 · 10 <sup>2</sup>                                  |   |
| 7   | 2,248 646 550 400 788 · 10 <sup>4</sup>             | - 1,422 753 946 421 155 · 10 <sup>2</sup>                                |   |
| 8   | - 2,605 562 982 188 164 · 10 <sup>4</sup>           | 1,080 435 942 856 230 · 10 <sup>2</sup>                                  |   |
| 9   | 1,852 373 922 069 467 · 10 <sup>4</sup>             | - 4,414 153 236 817 392 · 10 <sup>1</sup>                                |   |
| 10  | - 7,420 201 433 430 137 · 10 <sup>3</sup>           | 7,442 971 530 188 783  |   |
| 11  | 1,285 617 841 998 974 · 10 <sup>3</sup>             |  |   |
| $k$ | $C_{3,k}$<br>kg/(m <sup>3</sup> · °C <sup>3</sup> ) | $C_{4,k}$<br>kg/(m <sup>3</sup> · °C <sup>4</sup> )                      | $C_{5,k}$<br>kg/(m <sup>3</sup> · °C <sup>5</sup> ) |
| 1   | - 6,802 995 733 503 803 · 10 <sup>-4</sup>          | 4,075 376 675 622 027 · 10 <sup>-6</sup>                                 | - 2,788 074 354 782 409 · 10 <sup>-8</sup>          |
| 2   | 1,876 837 790 289 664 · 10 <sup>-2</sup>            | - 8,763 058 573 471 110 · 10 <sup>-6</sup>                               | 1,345 612 883 493 354 · 10 <sup>-8</sup>            |
| 3   | - 2,002 561 813 734 156 · 10 <sup>-1</sup>          | 6,515 031 360 099 368 · 10 <sup>-6</sup>                                 |   |
| 4   | 1,022 992 966 719 220                               | - 1,515 784 836 987 210 · 10 <sup>-6</sup>                               |   |
| 5   | - 2,895 696 483 903 638                             |  |   |
| 6   | 4,810 060 584 300 675                               |  |   |
| 7   | - 4,672 147 440 794 683                             |  |   |
| 8   | 2,458 043 105 903 461                               |  |   |
| 9   | - 5,411 > 227 621 436 812 · 10 <sup>-1</sup>        |  |   |

(1) Exemple: pour un titre massique de 12 %:  $p = 0,12$ .











TABLE II  
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

|              |         | Titres alcoométriques apparent à $t$ °C |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|--------------|---------|---|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
|              |         | 0                                       | 1    | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | 7    | 8    | 9    | 10   | 11   | 12   | 13   | 14   | 15   | 16   |      |
| Températures | ajouter | 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 | 1,35 | 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 |      |      |

|              |            | Titres alcoométriques apparent à $t$ °C |   |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|--------------|------------|---|---|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
|              |            | 0                                       | 1 | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | 7    | 8    | 9    | 10   | 11   | 12   | 13   | 14   | 15   | 16   |      |      |      |
| Températures | retrancher | 21°                                     |   | 0,13 | 0,13 | 0,13 | 0,14 | 0,14 | 0,15 | 0,16 | 0,17 | 0,18 | 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°                                     |   |      |      |      |      |      | 2,91 | 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 |      |      |



|              |         |      | Titres alcoométriques apparents à $t$ °C |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|--------------|---------|------|--|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
|              |         |      | 14                                       | 15   | 16   | 17   | 18   | 19   | 20   | 21   | 22   | 23   | 24   | 25   | 26   | 27   | 28   | 29   | 30   |
| Températures | ajouter | 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°  | 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 |      |      |

|              |            |      | Titres alcoométriques apparents à $t$ °C |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|--------------|------------|------|--|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
|              |            |      | 14                                       | 15   | 16   | 17   | 18   | 19   | 20   | 21   | 22   | 23   | 24   | 25   | 26   | 27   | 28   | 29   | 30   |
| Températures | retrancher | 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°  | 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 |      |      |









▼B

TABLE IV

Table de correspondance entre les indices de réfraction à 20 °C et les titres alcoométriques à 20 °C des mélanges hydro-alcooliques purs et des distillats

| Indice de réfraction à 20 °C | Titres alcoométriques à 20 °C |      |            |      | Indice de réfraction à 20 °C | Titres alcoométriques à 20 °C |      |            |      |
|------------------------------|-------------------------------|------|------------|------|------------------------------|-------------------------------|------|------------|------|
|                              | Mélanges hydro-alcooliques    |      | Distillats |      |                              | Mélanges hydro-alcooliques    |      | Distillats |      |
| 1,33628                      | 6,54                          | 0,25 | 6,48       | 0,26 | 1,34222                      | 16,76                         | 0,23 | 16,65      | 0,23 |
| 1,33642                      | 6,79                          | 0,26 | 6,74       | 0,26 | 1,34236                      | 16,99                         | 0,23 | 16,88      | 0,24 |
| 1,33656                      | 7,05                          | 0,25 | 7,00       | 0,26 | 1,34250                      | 17,22                         | 0,22 | 17,12      | 0,22 |
| 1,33670                      | 7,30                          | 0,28 | 7,27       | 0,27 | 1,34264                      | 17,44                         | 0,24 | 17,34      | 0,22 |
| 1,33685                      | 7,58                          | 0,25 | 7,54       | 0,25 | 1,34278                      | 17,68                         | 0,21 | 17,56      | 0,22 |
| 1,33699                      | 7,83                          | 0,26 | 7,79       | 0,26 | 1,34291                      | 17,89                         | 0,23 | 17,78      | 0,23 |
| 1,33713                      | 8,09                          | 0,25 | 8,05       | 0,25 | 1,34305                      | 18,12                         | 0,24 | 18,01      | 0,22 |
| 1,33727                      | 8,34                          | 0,28 | 8,30       | 0,26 | 1,34319                      | 18,36                         | 0,23 | 18,23      | 0,23 |
| 1,33742                      | 8,62                          | 0,25 | 8,56       | 0,25 | 1,34333                      | 18,59                         | 0,23 | 18,46      | 0,24 |
| 1,33756                      | 8,87                          | 0,25 | 8,81       | 0,25 | 1,34347                      | 18,82                         | 0,23 | 18,70      | 0,22 |
| 1,33770                      | 9,12                          | 0,24 | 9,06       | 0,24 | 1,34361                      | 19,05                         | 0,23 | 18,92      | 0,25 |
| 1,33784                      | 9,36                          | 0,27 | 9,30       | 0,25 | 1,34375                      | 19,28                         | 0,23 | 19,17      | 0,23 |
| 1,33799                      | 9,63                          | 0,24 | 9,55       | 0,26 | 1,34389                      | 19,51                         | 0,24 | 19,40      | 0,22 |
| 1,33813                      | 9,87                          | 0,25 | 9,81       | 0,24 | 1,34403                      | 19,75                         | 0,23 | 19,62      | 0,24 |
| 1,33827                      | 10,12                         | 0,23 | 10,05      | 0,24 | 1,34417                      | 19,98                         | 0,24 | 19,86      | 0,23 |
| 1,33841                      | 10,35                         | 0,26 | 10,29      | 0,25 | 1,34431                      | 20,22                         | 0,22 | 20,09      | 0,24 |
| 1,33856                      | 10,61                         | 0,25 | 10,54      | 0,24 | 1,34445                      | 20,44                         | 0,21 | 20,33      | 0,21 |
| 1,33870                      | 10,86                         | 0,24 | 10,78      | 0,24 | 1,34458                      | 20,65                         | 0,24 | 20,54      | 0,22 |
| 1,33884                      | 11,10                         | 0,23 | 11,02      | 0,24 | 1,34472                      | 20,89                         | 0,22 | 20,76      | 0,23 |
| 1,33898                      | 11,33                         | 0,24 | 11,26      | 0,24 | 1,34486                      | 21,11                         | 0,23 | 20,99      | 0,22 |
| 1,33912                      | 11,47                         | 0,24 | 11,50      | 0,24 | 1,34500                      | 21,34                         | 0,21 | 21,21      | 0,23 |
| 1,33926                      | 11,81                         | 0,24 | 11,74      | 0,24 | 1,34513                      | 21,55                         | 0,23 | 21,44      | 0,21 |
| 1,33940                      | 12,05                         | 0,25 | 11,98      | 0,24 | 1,34527                      | 21,78                         | 0,22 | 21,65      | 0,22 |
| 1,33955                      | 12,30                         | 0,23 | 12,22      | 0,24 | 1,34541                      | 22,00                         | 0,23 | 21,87      | 0,23 |
| 1,33969                      | 12,53                         | 0,23 | 12,46      | 0,23 | 1,34555                      | 22,23                         | 0,21 | 22,10      | 0,21 |
| 1,33983                      | 12,76                         | 0,24 | 12,69      | 0,23 | 1,34568                      | 22,44                         | 0,23 | 22,31      | 0,23 |
| 1,33997                      | 13,00                         | 0,23 | 12,92      | 0,23 | 1,34582                      | 22,67                         | 0,23 | 22,54      | 0,21 |
| 1,34011                      | 13,23                         | 0,24 | 13,15      | 0,25 | 1,34596                      | 22,90                         | 0,23 | 22,75      | 0,21 |
| 1,34025                      | 13,47                         | 0,23 | 13,40      | 0,22 | 1,34610                      | 23,13                         | 0,20 | 22,96      | 0,21 |
| 1,34039                      | 13,70                         | 0,23 | 13,62      | 0,24 | 1,34623                      | 23,33                         | 0,24 | 23,17      | 0,23 |
| 1,34053                      | 13,93                         | 0,23 | 13,86      | 0,23 | 1,34637                      | 23,57                         | 0,24 | 23,40      | 0,21 |
| 1,34067                      | 14,16                         | 0,25 | 14,09      | 0,23 | 1,34651                      | 23,81                         | 0,23 | 23,61      | 0,24 |
| 1,34081                      | 14,41                         | 0,25 | 14,32      | 0,25 | 1,34665                      | 24,04                         | 0,22 | 23,85      | 0,24 |
| 1,34096                      | 14,66                         | 0,23 | 14,57      | 0,24 | 1,34678                      | 24,26                         | 0,22 | 24,09      | 0,22 |
| 1,34110                      | 14,89                         | 0,24 | 14,81      | 0,25 | 1,34692                      | 24,48                         | 0,24 | 24,31      | 0,25 |
| 1,34124                      | 15,13                         | 0,23 | 15,06      | 0,22 | 1,34706                      | 24,72                         | 0,23 | 24,56      | 0,22 |
| 1,34138                      | 15,36                         | 0,23 | 15,28      | 0,22 | 1,34720                      | 24,95                         | 0,21 | 24,78      | 0,22 |
| 1,34152                      | 15,59                         | 0,24 | 15,50      | 0,24 | 1,34733                      | 25,16                         | 0,24 | 25,00      | 0,23 |
| 1,34166                      | 15,83                         | 0,23 | 15,74      | 0,22 | 1,34747                      | 25,40                         | 0,22 | 25,23      | 0,22 |
| 1,34180                      | 16,06                         | 0,23 | 15,96      | 0,23 | 1,34760                      | 25,62                         | 0,24 | 25,45      | 0,25 |
| 1,34194                      | 16,29                         | 0,23 | 16,19      | 0,22 | 1,34774                      | 25,86                         | 0,24 | 25,70      | 0,23 |
| 1,34208                      | 16,52                         | 0,24 | 16,41      | 0,24 | 1,34788                      | 26,10                         | 0,22 | 25,93      | 0,22 |



#### 4. EXTRAIT SEC TOTAL

##### Matières sèches totales

##### 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.

##### 2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Méthode unique: méthode densimétrique.

L'extrait sec total est calculé indirectement d'après la valeur de la densité du moût et, dans le cas du vin, d'après la densité du vin désalcoolisé.

Cet extrait 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 moût ou que le vin désalcoolisé. Cette quantité est donnée par la table I.

##### 3. MODE OPÉRATOIRE

La densité relative  $d_{20}^{20}$  du «vin désalcoolisé» ( $d_r$ ) est calculée par la formule:

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

où  $d_v$  = densité relative du vin à 20 °C (corrigée de l'acidité volatile)<sup>(1)</sup>;

$d_a$  = densité relative à 20 °C du mélange hydro-alcoolique de même titre alcoométrique que le vin.

On peut également calculer  $d_r$  à partir des masses volumiques à 20 °C,  $\rho_v$  du vin et  $\rho_a$  du mélange hydro-alcoolique de même titre alcoométrique, par la formule:

$$d_r = 1,0018 (\rho_v - \rho_a) + 1,000$$

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

##### 4. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Reporter la densité  $d_{r20}^{20}$  du vin désalcoolisé ou la densité  $d_{20}^{20}$  du moût dans la table I pour obtenir le poids d'extrait sec total en grammes par litre.

Le poids d'extrait sec total est exprimé en grammes par litre avec une décimale.

<sup>(1)</sup> Avant de faire ce calcul, la densité relative (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:

$$d_v = d_{20}^{20} - 0,0000086 a \text{ ou } \rho_v = \rho_{20} - 0,0000086 a$$

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





TABLE I  
pour le calcul de la teneur en extrait sec total (grammes par litre)

| Densité relative<br>avec 2 décimales | 3 <sup>e</sup> décimale de la densité relative |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|--------------------------------------|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                                      | 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  | —     | —     | —     | —     | —     | —     | —     | —     | —     |

Table intercalaire

| Quatrième<br>décimale de la<br>densité relative | Grammes<br>d'extrait par litre | Quatrième<br>décimale de la<br>densité relative | Grammes<br>d'extrait par litre | Quatrième<br>décimale de la<br>densité relative | Grammes d'extrait<br>par litre |
|---|--------------------------------|---|--------------------------------|---|--------------------------------|
| 1   | 0,3                            | 4   | 1,0                            | 7   | 1,8                            |
| 2   | 0,5                            | 5   | 1,3                            | 8   | 2,1                            |
| 3   | 0,8                            | 6   | 1,6                            | 9   | 2,3                            |



## 5. SUCRES RÉDUCTEURS

### 1. DÉFINITION

Les sucres réducteurs sont constitués par l'ensemble des sucres à fonction cétonique ou aldéhydique dosés par leur action réductrice sur la solution cupro-alcaline.

### 2. PRINCIPES DES MÉTHODES

#### 2.1. Défécation

2.1.1. Méthode de référence: passage du vin neutralisé et désalcoolisé sur une colonne échangeuse d'anions sous forme acétate où ses anions sont échangés par les ions acétiques, suivi de la défécation par l'acétate neutre de plomb.

2.1.2. Méthodes usuelles: le vin est traité par l'un des réactifs suivants:

2.1.2.1. Acétate neutre de plomb

2.1.2.2. Hexacyanoferrate (II) de zinc

#### 2.2. Dosage

2.2.1. Méthode unique: après avoir fait réagir le vin ou le moût déféqué sur une quantité déterminée de solution cupro-alcaline, l'excès d'ions cuivriques est dosé par iodométrie.

### 3. DÉFÉCATION

Le liquide dans lequel les sucres seront dosés doit présenter une teneur en sucres comprise entre 0,5 et 5 g/l.

Si le vin est sec, il faut éviter de le diluer pendant la défécation; s'il est doux, il faut le diluer tout en le défécant, de manière à amener la teneur en sucres entre ces limites, suivant le tableau ci-dessous.

| Dénomination           | Teneur en sucres, en grammes par litre, comprise entre | Masse volumique comprise entre | Dilution à prévoir (%) |
|------------------------|--|--------------------------------|------------------------|
| Moûts et mistelles     | > 125  | > 1,038                        | 1                      |
| Vins doux vinés ou non | 25 et 125  | 1,005 et 1,038                 | 4                      |
| Vins moelleux          | 5 et 25  | 0,997 et 1,005                 | 20                     |
| Vins secs              | < 5  | < 0,997                        | pas de dilution        |

#### 3.1. Méthode de référence

##### 3.1.1. Réactifs

3.1.1.1. Solution d'acide chlorhydrique (HCl), 1 M

3.1.1.2. Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), 1 M

3.1.1.3. Solution d'acide acétique (CH<sub>3</sub> COOH), 4 M

3.1.1.4. Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), 2 M

3.1.1.5. Résine échangeuse d'anions [type Dowex 3 (20-50 mesh) ou résine équivalente].

Préparation de la colonne de résine échangeuse d'anions. Au fond de la burette, placer un petit tampon de laine de verre et 15 ml de résine échangeuse d'anions (3.1.1.5).

Lors de la mise en service de la résine, faire subir à la résine deux cycles complets de régénération avec passages alternés de solution M d'acide chlorhydrique (3.1.1.1) et d'hydroxyde de sodium (3.1.1.2). Après rinçage avec 50 ml d'eau distillée, transvaser la résine dans un vase cylindrique, ajouter 50 ml d'une solution M d'acide acétique (3.1.1.3) et agiter pendant 5 minutes. Remplir à nouveau la burette et faire passer à travers la colonne 100 ml de solution M d'acide acétique (3.1.1.3). (Il est préférable d'avoir un stock de la résine conservée dans un flacon rempli avec cette solution 4 M d'acide acétique). Laver la colonne avec de l'eau distillée jusqu'à ce que l'effluent soit neutre.

▼B

Régénération de la résine. Faire passer 150 ml d'une solution 2 M d'hydroxyde de sodium pour éliminer les acides et une grande partie de la matière colorante fixée sur la résine. Rincer par 100 ml d'eau, faire passer 100 ml de solution 4 M d'acide acétique. Laver la colonne jusqu'à ce que l'effluent soit neutre.

## 3.1.1.6. Solution d'acétate neutre de plomb (approximativement saturée):

|   |        |
|---|--------|
| Acétate neutre de plomb $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ | 250 g  |
| Eau très chaude q.s.p.                              | 500 ml |

Agiter jusqu'à dissolution.

3.1.1.7. Carbonate de calcium,  $CaCO_3$ 3.1.2. *Mode opératoire*

## 3.1.2.1. Vins secs

50 ml de vin placés dans un vase cylindrique de 10 à 12 cm de diamètre environ et additionné de  $\frac{1}{2}(n-0,5)$  ml d'une solution M d'hydroxyde de sodium (3.1.1.2) (n étant le volume d'une solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium utilisé pour le dosage de l'acidité totale sur 10 ml de vin) sont évaporés sur un bain d'eau bouillante en envoyant un jet d'air chaud jusqu'à ce que le liquide soit réduit à 20 ml environ.

Faire écouler ce liquide à travers une colonne de résine échangeuse d'anions sous forme acétate (3.1.1.5) à raison de 3 ml toutes les 2 minutes. Recueillir l'effluent dans une fiole jaugée de 100 ml. Laver six fois le vase et la colonne avec 10 ml d'eau distillée, ajouter en agitant 2,5 ml de solution saturée d'acétate de plomb (3.1.1.6) et 0,5 g de carbonate de calcium (3.1.1.7), agiter à plusieurs reprises et abandonner au moins 15 minutes; porter au trait de jauge avec de l'eau. Filtrer.

1 ml de ce filtrat correspond à 0,5 ml de vin.

## 3.1.2.2. Moûts, mistelles, vins doux et vins moelleux

Les dilutions ci-dessous sont données à titre indicatif.

1) *Moûts et mistelles*

Diluer à 10 pour 100 le liquide à analyser, prélever 10 ml de cette dilution.

2) *Vins doux, vinés 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 pour 100.

3) *Vins moelleux*, dont la masse volumique est comprise entre 0,997 et 1,005. Prélever 20 ml de vin non dilué.

Faire écouler le volume de vin ou de moût indiqué ci-dessus à travers une colonne d'échangeur d'anions sous forme acétate à raison de 3 ml toutes les 2 minutes. Recueillir l'effluent dans une fiole jaugée de 100 ml, rincer la colonne avec de l'eau jusqu'à obtention de 90 ml environ d'effluent. Ajouter 0,5 g de carbonate de calcium, 1 ml d'acétate de plomb en solution saturée; agiter et laisser au repos pendant 15 minutes au moins en agitant de temps en temps; porter au trait de jauge avec de l'eau. Filtrer.

*En cas:*

1) 1 ml de filtrat correspond à 0,01 ml de moût ou de mistelle;

2) 1 ml de filtrat correspond à 0,04 ml de vin doux;

3) 1 ml de filtrat correspond à 0,20 ml de vin moelleux.

▼ **M8**▼ **B**

## 4. DOSAGE

## 4.1. Réactifs

4.1.1. *Solution cupro-alcaline*

|  |          |
|--|----------|
| Sulfate de cuivre pur ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ )                     | 25 g     |
| Acide citrique ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )             | 50 g     |
| Carbonate de sodium cristallisé ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ) | 388 g    |
| Eau q.s.p.   | 1 000 ml |

Dissoudre le sulfate de cuivre dans 100 ml d'eau, l'acide citrique dans 300 ml d'eau et le carbonate de sodium dans 300 à 400 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.

4.1.2. *Solution d'iodure de potassium à 30 pour 100*

|                          |        |
|--------------------------|--------|
| Iodure de potassium (KI) | 30 g   |
| Eau q.s.p.               | 100 ml |

Conserver en flacon de verre teinté.

4.1.3. *Acide sulfurique à 25 pour 100*

|  |        |
|--|--------|
| Acide sulfurique pur ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$ | 25 g   |
| Eau q.s.p.   | 100 ml |

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

4.1.4. *Empois d'amidon à 5 g/l*

Délayer 5 g d'amidon dans 500 ml d'eau environ. Porter à ébullition en agitant et maintenir l'ébullition pendant 10 minutes. Ajouter 200 g de chlorure de sodium (NaCl). Porter à 1 l après refroidissement.

— Thiosulfate de sodium solution 0,1 M

— Solution de sucre interverti à 5 g/l:

solution à utiliser pour vérifier la technique du dosage.

Dans une fiole jaugée de 200 ml, placer

|  |        |
|--|--------|
| Saccharose pur ( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ )         | 4,75 g |
| Eau, environ   | 100 ml |
| Acide chlorhydrique pur (HCl) $\rho_{20} = 1,16 - 1,19 \text{ g/ml}$ | 5 ml   |

Plonger la fiole dans un bain d'eau à 60 °C pendant un temps suffisant pour que la température de la solution atteigne 50 °C, température que l'on maintient durant 15 minutes. Abandonner ensuite la fiole au refroidissement spontané durant 30 minutes puis refroidir par immersion dans un bain d'eau froide. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 l. Porter au litre. Cette solution se conserve bien durant un mois. Au moment de l'emploi neutraliser la prise d'essai (cette solution est approximativement 0,06 M acide), avec une solution d'hydroxyde de sodium.

4.2. **Mode opératoire**

Dans une fiole conique de 300 ml, placer 25 ml de solution cupro-alcaline, 15 ml d'eau et 10 ml de solution de défécation. Ce volume de solution sucrée ne doit pas contenir plus de 60 mg de sucre interverti.

Ajouter quelques grains de pierre ponce. Adapter à la fiole un réfrigérant à reflux et porter à l'ébullition qui doit être atteinte en 2 minutes. Maintenir l'ébullition pendant 10 minutes exactement.

Refroidir immédiatement sous un courant d'eau froide. Après refroidissement complet, ajouter 10 ml de solution d'iodure de potassium à 30

▼B

pour 100 (4.1.2), 25 ml d'acide sulfurique à 25 pour 100 (4.1.3) et 2 ml d'empois d'amidon (4.1.4).

Titre par la solution 0,1 M de thiosulfate de sodium (4.1.5). Soit  $n$  le nombre de millilitres utilisés.

Par ailleurs, effectuer un dosage témoin dans lequel 10 ml d'eau distillée remplacent les 10 ml de solution sucrée. Soit  $n'$  le volume de thiosulfate employé.

4.3. **Expression des résultats**4.3.1. *Calculs*

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

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

4.3.2. *Répétabilité*

$$r = 0,015 x_i$$

$x_i$  = concentration du sucre interverti en grammes par litre d'échantillon

4.3.3. *Reproductibilité*

$$R = 0,058 x_i$$

$x_i$  = concentration du sucre interverti en grammes par litre d'échantillon

| Tableau de correspondance entre le volume de solution 0,1 M de thiosulfate de sodium:<br>( $n' - n$ ) ml, et la quantité de sucres réducteurs en milligrammes |  |       |   |  |       |
|---|--|-------|---|--|-------|
| Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(ml 0,1 M)   | Sucres réducteurs<br>(en milligrammes) | Diff. | Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(ml 0,1 M) | Sucres réducteurs<br>(en milligrammes) | 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  | 47,2                                   | 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   |   |  |       |

## ▼B

## 6. SACCHAROSE

## 1. PRINCIPE DES MÉTHODES

- I. Méthode de recherche qualitative par chromatographie sur couche mince. Le saccharose est séparé des autres sucres par chromatographie sur couche mince de cellulose et révélé par le réactif urée-acide chlorhydrique à l'étuve à 105 °C.
- II. Méthode de recherche et de dosage par chromatographie liquide haute performance. Le saccharose est séparé sur colonne de silice greffée alkylamine et détecté par réfractométrie. La quantification se fait par rapport à un étalon externe analysé dans les mêmes conditions.

*Remarques:*

L'authenticité d'un moût ou d'un vin peut être contrôlée en appliquant méthode par RMN du deutérium décrite pour la détection de l'enrichissement des moûts, des moûts concentrés rectifiés et des vins.

Pour la recherche et le dosage du saccharose la chromatographie en phase gazeuse décrite au chapitre 42 point f) peut également être utilisée.

## 2. MÉTHODE DE RECHERCHE QUALITATIVE PAR CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE

2.1. **Matériel**

- 2.1.1. Plaques pour chromatographie recouvertes d'une couche mince de cellulose
- 2.1.2. Cuve à chromatographie
- 2.1.3. Seringue micrométrique ou micropipette
- 2.1.4. Étuve réglable à 105 °C ± 2 °C

2.2. **Réactifs**

- 2.2.1. *Charbon décolorant*
- 2.2.2. *Phase mobile:* chlorure de méthylène — acide acétique ( $\rho_{20} = 1,05$  g/ml) — éthanol — méthanol-eau (50: 25: 9: 6: 10).
- 2.2.3. *Révéléateur*

|                         |        |
|-------------------------|--------|
| Urée                    | 5 g    |
| Acide chlorhydrique 2 M | 20 ml  |
| Éthanol                 | 100 ml |

2.2.4. *Solution de référence*

|            |          |
|------------|----------|
| Glucose    | 35 g     |
| Fructose   | 35 g     |
| Saccharose | 0,5 g    |
| Eau q.s.p. | 1 000 ml |

2.3. **Mode opératoire**2.3.1. *Préparation de l'échantillon*

Lorsque le moût ou le vin est fortement coloré, le décolorer en le traitant par du charbon actif.

Dans le cas du moût concentré rectifié, utiliser la solution dont la teneur en sucres est de 25 pour 100 (m/m) (25° Brix) préparée comme il est indiqué au chapitre «Détermination du pH», en 4.1.2 et la diluer au quart en portant 25 ml à 100 ml dans un ballon jaugé avec de l'eau.

2.3.2. *Obtention du chromatogramme*

À 2,5 cm du bord inférieur de la plaque déposer:

- 10 µl de l'échantillon,
- 10 µl de la solution de référence.

▼B

Placer la plaque dans la cuve pour chromatographie saturée par les vapeurs de la phase mobile et laisser migrer le liquide jusqu'à 1 cm du bord supérieur. Retirer la plaque et la sécher sous un courant d'air chaud. Répéter deux fois la migration en séchant chaque fois la plaque. Pulvériser uniformément la plaque avec 15 ml de révélateur et la maintenir à l'étuve à 105 °C pendant 5 minutes.

2.4. **Résultats**

Le saccharose et le fructose apparaissent sous forme de taches de couleur bleu foncé sur un fond blanc; le glucose donne une tache verdâtre moins intense.

3. **MÉTHODE DE RECHERCHE ET DE DOSAGE PAR CHROMATOGRAPHIE LIQUIDE HAUTE PERFORMANCE**

Les conditions chromatographiques ne sont données qu'à titre indicatif.

3.1. **Appareils**3.1.1. *Chromatographe en phase liquide haute performance équipé*

- 1) d'un injecteur à boucle de 10 µl;
- 2) d'un détecteur, réfractomètre différentiel ou réfractomètre interféromètre;
- 3) d'une colonne de silice greffée alkylamine (25 mm de longueur et 4 mm de diamètre interne);
- 4) d'une précolonne remplie de la même phase;
- 5) d'un dispositif d'isolation ou de thermostatisation (30 °C) de l'ensemble précolonne-colonne;
- 6) d'un enregistreur, éventuellement, d'un intégrateur;
- 7) débit de la phase mobile: 1 ml/min.

3.1.2. *Dispositif de filtration sur membrane (0,45 µm)*3.2. **Réactifs**3.2.1. *Eau bidistillée*3.2.2. *Acétonitrile (CH<sub>3</sub> CN) de qualité HPLC*3.2.3. *Phase mobile: acétonitrile-eau, préalablement filtrés sur membrane (0,45 µm), (80 — 20, v/v).*

Cette phase mobile doit être dégazée avant utilisation.

3.2.4. *Solution de référence: solution aqueuse de saccharose à 1,2 g/l. La filtrer sur membrane (0,45 µm).*3.3. **Mode opératoire**3.3.1. *Préparation de l'échantillon*

— Cas des vins et des moûts.

Filtrer sur membrane (0,45 µm).

— Cas des moûts concentrés rectifiés.

Utiliser la solution obtenue en diluant le moût concentré rectifié à 40 pour 100 (m/v) comme il est indiqué au chapitre «Acidité totale» en 5.1.2 et la filtrer sur membrane (0,45 µm).

3.3.2. *Détermination chromatographique*

Injecter successivement dans le chromatographe 10 µl de la solution de référence et 10 µl de l'échantillon préparé comme indiqué en 3.3.1. Répéter ces injections dans le même ordre.

Enregistrer le chromatogramme.

Le temps de rétention du saccharose est voisin de 10 minutes.

3.4. **Calculs**

Utiliser pour le calcul la moyenne des deux réponses pour la solution de référence et pour l'échantillon.

**▼B**3.4.1. *Cas des vins et des moûts*

Calculer la teneur en grammes par litre.

3.4.2. *Cas des moûts concentrés rectifiés*

Soit  $C$  g/l, la teneur en saccharose de la solution de moût concentré rectifié à 40 pour 100 (m/v).

Teneur en saccharose en grammes par kilogramme de moût concentré rectifié:  $2,5 \cdot C$

3.5. **Expression des résultats**

La teneur en saccharose des vins, des moûts et des moûts concentrés rectifiés est exprimée en grammes par litre (vins et moûts) et en grammes par kilogramme (moûts concentrés rectifiés) avec une décimale.



▼B

## 7. GLUCOSE ET FRUCTOSE

## 1. DÉFINITION

Le glucose et le fructose peuvent être dosés individuellement par une méthode enzymatique, en vue seulement du calcul du rapport glucose/fructose.

## 2. PRINCIPE

Le glucose et le fructose sont phosphorylés par l'adénosine-triphosphate (ATP) au cours d'une réaction enzymatique catalysée par l'hexokinase (HK) et donnent du glucose-6-phosphate (G6P) et du fructose-6-phosphate (F6P):



Dans un premier temps le glucose-6-phosphate est oxydé en gluconate-6-phosphate par le nicotinamide-adénine-dinucléotide-phosphate (NADP) en présence de l'enzyme glucose-6-phosphate-déshydrogénase (G6PDH). La quantité de nicotinamide-adénine-dinucléotide-phosphate réduite (NADPH) qui prend naissance correspond à la quantité de glucose-6-phosphate et donc à celle de glucose.



C'est le nicotinamide-adénine-dinucléotide-phosphate réduit qui est dosé d'après son absorption à 340 nm.

Lorsque cette réaction est terminée, le fructose-6-phosphate est transformé sous l'action de la phosphoglucose-isomérase (PGI) en glucose-6-phosphate



Le glucose-6-phosphate réagit à nouveau avec le nicotinamide-adénine-dinucléotide-phosphate pour donner du gluconate-6-phosphate et du nicotinamide-adénine-dinucléotide-phosphate réduit; celui-ci sera dosé.

## 3. APPAREIL

— Spectrophotomètre permettant d'effectuer la mesure à 340 nm, maximum d'absorption du NADPH. S'agissant de mesures absolues (pas de gamme d'étalonnage, mais référence au coefficient d'extinction du NADPH), les échelles des longueurs d'onde et des absorbances de l'appareil doivent être contrôlées.

À défaut, utiliser un spectrophotomètre à spectre discontinu permettant d'effectuer les mesures à 334 nm ou à 365 nm.

— Cuves de verre de 1 cm de trajet optique ou cuves à usage unique.

— Pipettes pour test enzymatique de 0,02 — 0,05 — 0,1 — 0,2 ml.

## 4. RÉACTIFS

- 4.1. **Solution 1:** tampon (triéthanolamine 0,3 M; pH = 7,6;  $4 \cdot 10^{-3}$  M en  $\text{Mg}^{2+}$ ): 11,2 g de chlorhydrate de triéthanolamine ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{N}$ , HCl) et 0,2 g de  $\text{Mg SO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  sont dissous dans 150 ml d'eau bidistillée, ajouter environ 4 ml de solution 5 M d'hydroxyde de sodium (NaOH) pour obtenir un pH égal à 7,6 et porter à 200 ml.

Cette solution tampon peut se conserver 4 semaines à + 4° C.

- 4.2. **Solution 2:** solution de nicotinamide-adénine-dinucléotide-phosphate (environ  $11,5 \cdot 10^{-3}$  M): 50 mg de nicotinamide-adénine-dinucléotide-phosphate disodique sont dissous dans 5 ml d'eau bidistillée.

La solution se conserve à + 4° C durant 4 semaines.

- 4.3. **Solution 3:** solution d'adénosine-5'-triphosphate (environ  $81 \cdot 10^{-3}$  M): 250 mg d'adénosine-5'-triphosphate disodique et 250 mg d'hydrogène-carbonate de sodium  $\text{Na H CO}_3$  sont dissous dans 5 ml d'eau bidistillée.

Cette solution se conserve pendant 4 semaines à + 4° C.

**▼B**

- 4.4. **Solution 4:** Hexokinase/glucose-6-phosphate-déshydrogénase: mélanger 0,5 ml d'hexokinase (2 mg de protéine/ml soit 280 U/ml) et 0,5 ml de glucose-6-phosphate-déshydrogénase (1 mg de protéine par ml).

La solution se conserve un an à + 4° C.

- 4.5. **Solution 5:** Phosphoglucose-isomérase (2 mg de protéine par ml soit 700 U/ml). La suspension est utilisée sans dilution.

La solution se conserve un an à + 4° C.

*Remarque:*

L'ensemble des réactifs nécessaires pour ce dosage est commercialisé.

## 5. MODE OPÉRATOIRE

### 5.1. Préparation de l'échantillon

En fonction de la quantité estimée de glucose + fructose par litre, effectuer les dilutions suivantes:

| Mesure à 340 et 334 nm | 365 nm   | Dilution avec l'eau | Facteur F de dilution |
|------------------------|----------|---------------------|-----------------------|
| Jusqu'à 0,4 g/l        | 0,8 g/l  | —                   | —                     |
| Jusqu'à 4,0 g/l        | 8,0 g/l  | 1 + 9               | 10                    |
| Jusqu'à 10,0 g/l       | 20,0 g/l | 1 + 24              | 25                    |
| Jusqu'à 20,0 g/l       | 40,0 g/l | 1 + 49              | 50                    |
| Jusqu'à 40,0 g/l       | 80,0 g/l | 1 + 99              | 100                   |
| Au-dessus de 40,0 g/l  | 80,0 g/l | 1 + 999             | 1 000                 |

### 5.2. Dosage

Le spectrophotomètre étant réglé sur la longueur d'onde 340 nm, effectuer les mesures par rapport à l'air (pas de cuve dans le trajet optique) ou par rapport à l'eau.

Température 20 à 25° C.

Dans 2 cuves de 1 cm de trajet optique, introduire:

|                                    | Témoin  | Dosage  |
|------------------------------------|---------|---------|
| Solution 1 (4.1) (ramenée à 20° C) | 2,50 ml | 2,50 ml |
| Solution 2 (4.2)                   | 0,10 ml | 0,10 ml |
| Solution 3 (4.3)                   | 0,10 ml | 0,10 ml |
| Échantillon à doser                |         | 0,20 ml |
| Eau bidistillée                    | 0,20 ml |         |

Mélanger et après environ 3 minutes lire l'absorbance des solutions ( $A_1$ ). Déclencher la réaction en ajoutant:

|                  |         |         |
|------------------|---------|---------|
| Solution 4 (4.4) | 0,02 ml | 0,02 ml |
|------------------|---------|---------|

Mélanger; attendre 15 minutes; effectuer la mesure de l'absorbance et vérifier l'arrêt de la réaction après 2 minutes ( $A_2$ ).

Ajouter immédiatement:

|                  |         |         |
|------------------|---------|---------|
| Solution 5 (4.5) | 0,02 ml | 0,02 ml |
|------------------|---------|---------|

Mélanger; effectuer la lecture au bout de 10 minutes; vérifier l'arrêt de la réaction après 2 minutes ( $A_3$ ).

Déterminer les différences d'absorbance:

$A_2 - A_1$  correspondant au glucose.

$A_3 - A_2$  correspondant au fructose.

**▼B**

Pour le témoin et le dosage.

Déduire la différence d'absorbance du témoin ( $\Delta A_T$ ) de celle du dosage ( $\Delta A_D$ ) et établir:

pour le glucose:  $\Delta A_G = \Delta A_D - \Delta A_T$

pour le fructose:  $\Delta A_F = \Delta A_D - \Delta A_T$

*Remarque:*

Le temps nécessaire à l'action des enzymes peut varier d'un lot à l'autre. Il n'est donné ci-dessus qu'à titre indicatif. Il est recommandé de le déterminer pour chaque lot.

### 5.3. Expression des résultats

#### 5.3.1. Calcul

La formule générale pour le calcul des concentrations est la suivante:

$$C = \frac{V \cdot PM}{\varepsilon \cdot d \cdot v \cdot 1000} \Delta A \text{ (g/l)}$$

V = volume du test (ml)

v = volume de l'échantillon (ml)

PM = masse moléculaire de la substance à doser

d = trajet optique de la cuve (cm)

$\Sigma$  = coefficient d'absorption du NADPH à 340 nm = 6,3 (mmole<sup>-1</sup> · l · cm<sup>-1</sup>)

V = 2,92 ml pour le dosage du glucose

V = 2,94 ml pour le dosage du fructose

v = 0,20 ml

PM = 180

d = 1.

On obtient:

pour le glucose:  $Cg/l = 0,417 \cdot \Delta A_G$

pour le fructose:  $Cg/l = 0,420 \cdot \Delta A_F$

Si une dilution a été effectuée lors de la préparation de l'échantillon, multiplier le résultat par le facteur F.

*Remarque:*

Si les mesures ont été faites aux longueurs d'onde 334 ou 365 nm, on obtient:

— mesure à 334 nm:  $\Sigma = 6,2$  (mmole<sup>-1</sup> · l · cm<sup>-1</sup>)

pour le glucose:  $Cg/l = 0,425 \cdot \Delta A_G$

pour le fructose:  $Cg/l = 0,428 \cdot \Delta A_F$

— mesure à 365 nm:  $\Sigma = 3,4$  (mmole<sup>-1</sup> · l · cm<sup>-1</sup>)

pour le glucose:  $Cg/l = 0,773 \cdot \Delta A_G$

pour le fructose:  $Cg/l = 0,778 \cdot \Delta A_F$

#### 5.3.2. Répétabilité (r)

$$r = 0,056 x_i$$

#### 5.3.3. Reproductibilité (R)

$$R = 0,12 + 0,076 x_i$$

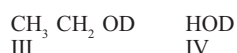
$x_i$  = teneur en glucose ou fructose en grammes par litre.

## ▼B

## 8. DÉTECTION DE L'ENRICHISSEMENT DES MOÛTS DE RAISINS, DES MOÛTS DE RAISINS CONCENTRÉS, DES MOÛTS DE RAISINS CONCENTRÉ RECTIFIÉ ET DES VINS PAR APPLICATION DE LA RÉSONANCE MAGNÉTIQUE NUCLÉAIRE DU DEUTÉRIUM

### 1. DÉFINITION

Les atomes de deutérium contenus dans les sucres et dans l'eau d'un moût de raisin vont être redistribués après fermentation dans les molécules I, II, III et IV du vin:



L'addition de sucres exogènes (chaptalisation) avant la fermentation du moût se répercutera sur la redistribution du deutérium.

Par comparaison avec les valeurs des paramètres relatifs à un vin témoin naturel de la même région, l'enrichissement avec un sucre exogène se traduira par les variations suivantes:

| Vin \ Paramètres     | $(\text{D}/\text{H})_I$ | $(\text{D}/\text{H})_{II}$ | $(\text{D}/\text{H})_W^Q$ | R |
|----------------------|-------------------------|----------------------------|---------------------------|---|
| — Naturel            | →                       | →                          | →                         | → |
| — Enrichi            | ↗                       | ↗                          | ↗                         | ↗ |
| — sucre de betterave | }                       | ↘                          | ↘                         | ↘ |
| — sucre de canne     |                         | ↘                          | ↘                         | ↘ |
| — sucre de maïs      |                         | ↘                          | ↘                         | ↘ |

$(\text{D}/\text{H})_I$ : rapport isotopique associé à la molécule I

$(\text{D}/\text{H})_{II}$ : rapport isotopique associé à la molécule II

$(\text{D}/\text{H})_W^Q$ : rapport isotopique de l'eau du vin.

$R = 2(\text{D}/\text{H})_{II}/(\text{D}/\text{H})_I$ , exprime la distribution relative du deutérium dans les molécules I et II; R est directement mesuré à partir des intensités  $h$  des signaux et alors  $R = 3h_{II}/h_I$ .

$(\text{D}/\text{H})_I$  caractérise principalement l'espèce végétale qui a synthétisé le sucre et dans une mesure moindre la géographie du lieu de récolte (nature de l'eau utilisée au cours de la photosynthèse).

$(\text{D}/\text{H})_{II}$  représente la climatologie du lieu de production des raisins (nature de l'eau de pluie et conditions météorologiques) et dans une mesure moindre, la concentration en sucre du moût initial.

$(\text{D}/\text{H})_W^Q$  représente la climatologie du lieu de production et la richesse en sucre du moût initial.

### 2. PRINCIPE

La détermination des paramètres définis ci-dessus [ $R$ ,  $(\text{D}/\text{H})_I$ ,  $(\text{D}/\text{H})_{II}$ ], est effectuée par RMN du deutérium sur l'éthanol extrait du vin ou des produits de fermentation du moût, du moût concentré, du moût concentré rectifié obtenus dans des conditions données. Elle est éventuellement complétée par la détermination du rapport isotopique de l'eau extraite du vin,  $(\text{D}/\text{H})_W^Q$  et par la détermination du rapport isotopique  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  de l'éthanol.

▼ **M1**▼ **B**

## 3. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON POUR L'ANALYSE

3.1. **Extraction de l'éthanol et de l'eau du vin**

*Remarque:*

Tout dispositif d'extraction de l'éthanol peut être utilisé à la condition qu'il permette de récupérer entre 98 et 98,5 % de l'alcool du vin en un distillat qui titre entre 92 et 93 % mas. (95 % vol.)

3.1.1. *Matériel et réactifs*

- Dispositif pour extraction de l'éthanol (figure 1) comportant:
  - chauffe-ballon électrique avec régulateur de tension,
  - ballon à rodage de 1 litre,
  - colonne Cadiot à bande tournante (mobile en téflon),
  - fioles coniques à rodage de 125 ml,
  - flacons à bouchon plastique de 125 et 60 ml.
- Réactifs pour le dosage de l'eau selon la technique de Karl Fischer (par exemple Merck 9241 et 9243).

3.1.2. *Mode opératoire*

3.1.2.1. Déterminer le titre alcoométrique du vin à mieux que 0,05 % vol. près. Soit t°.

## 3.1.2.2. Extraction de l'éthanol

Introduire une prise d'essai homogène de 500 ml de vin de titre alcoométrique t° dans le ballon de l'appareil à distiller avec un taux de reflux constant voisin de 0,9. Mettre en place une fiole conique rodée de 125 ml préalablement tarée, pour recevoir le distillat. Recueillir le liquide bouillant entre 78,0 et 78,2° C, soit environ 40 à 60 ml. Quand la température dépasse 78,5° C, arrêter le prélèvement pendant 5 minutes.

Quand la température est revenue à 78° C, prélever à nouveau le distillat jusqu'à 78,5° C et répéter cette opération jusqu'à ce que la température après arrêt du prélèvement et fonctionnement en circuit fermé ne redescende plus. La distillation complète dure environ 5 heures. Cette façon de procéder permet de récupérer entre 98 et 98,5 % de l'alcool total du vin en un distillat qui titre entre 92 et 93 % mas. (95 % vol.), titre pour lequel les conditions RMN décrites au paragraphe 4 ont été établies.

L'éthanol récupéré est pesé.

Une prise d'essai homogène de 60 ml des queues de distillation est conservée dans un flacon de 60 ml et représente l'eau du vin. Son rapport isotopique sera éventuellement déterminé.

*Remarque:*

Si on dispose d'un spectromètre équipé d'une sonde de 10 mm (voir paragraphe 4), une prise d'essai homogène de 300 ml de vin est suffisante.

## 3.1.2.3. Détermination du titre alcoométrique de l'alcool extrait

Sur une prise d'essai voisine de 0,5 ml d'alcool, de masse p exactement connue, la teneur en eau est déterminée par la méthode de Karl Fischer, soit p'g.

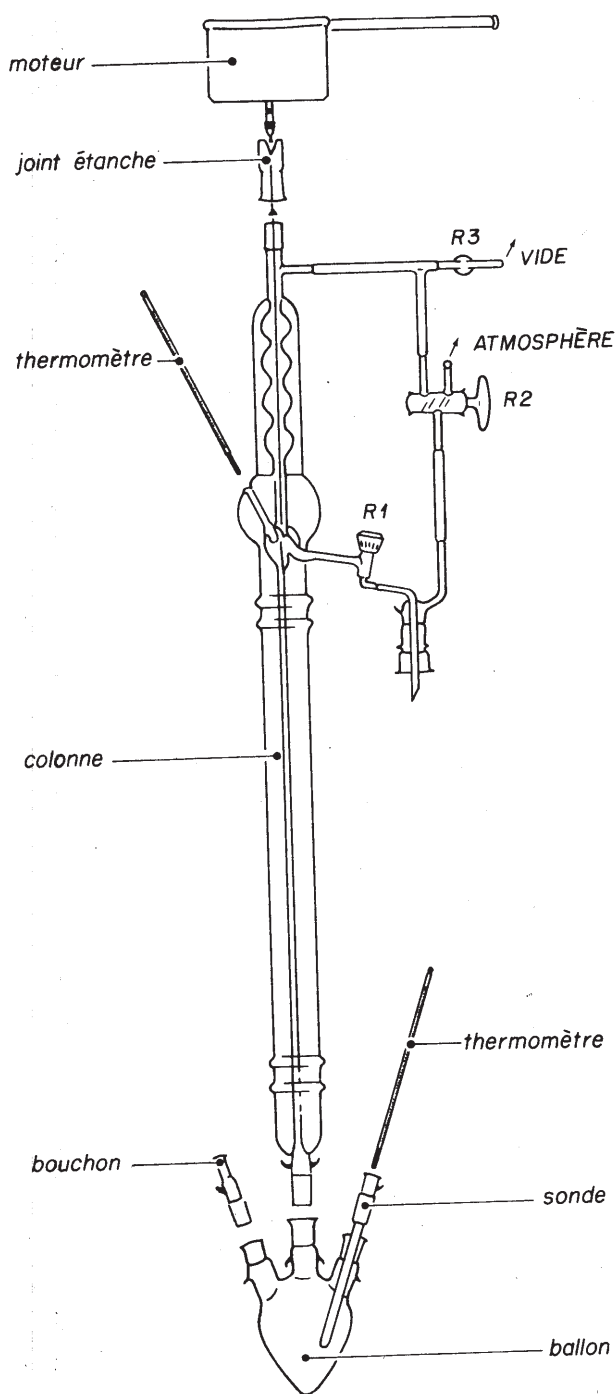
▼B

Figure 1 — Dispositif pour extraction de l'éthanol

Le titre massique de l'éthanol est donné par

$$t_m^D = \frac{p - p'}{p} \times 100$$

### 3.2. Fermentation des moûts, des moûts concentrés et des moûts concentrés rectifiés

#### 3.2.1. Matériel et réactifs

- Acide tartrique.
- *Bacto Yeast Nitrogen, Base without amino acids DIFCO.*
- Levures sèches actives (*Saccharomyces cerevisiae*).

Si l'on connaît le rapport isotopique de l'eau du moût, on peut réactiver les levures préalablement à l'ensemencement pendant 15 minutes, dans le minimum d'eau tiède (1 g dans 50 ml) non distillée, de rapport isotopique voisin de celui de l'eau du moût.

## ▼B

Lorsqu'on ne connaît pas le rapport isotopique de l'eau du moût, il est préférable de l'ensemencer directement.

La quantité de levures sèches à mettre en œuvre est de l'ordre de 1 g soit environ  $10^{10}$  cellules pour 1 l de moût.

Récipient pour la fermentation d'une capacité de 1,5 l muni d'un dispositif permettant d'opérer à l'abri de l'air et de condenser les vapeurs d'alcool car aucune perte d'éthanol pendant la fermentation ne doit être tolérée. Le taux de conversion des sucres fermentescibles en éthanol doit être supérieur à 98 %.

### 3.2.2. Mode opératoire

#### 3.2.2.1. Cas des moûts

##### — Moûts frais

Placer 1 l de moût, dont la concentration en sucres fermentescibles a été déterminée préalablement, dans le récipient prévu pour la fermentation. Ajouter 1 g de levures sèches préalablement réactivées. Mettre en place le dispositif permettant d'opérer à l'abri de l'air. Conduire la fermentation à une température voisine de 20 °C jusqu'à épuisement des sucres. Après détermination du titre alcoométrique du produit de la fermentation et calcul du taux de conversion des sucres en alcool, le liquide fermenté est centrifugé et soumis à la distillation pour extraire l'éthanol.

##### — Moûts mutés au dioxyde de soufre

Désulfiter un volume de moût un peu supérieur à 1 l (1,2 l) par barbotage d'un courant d'azote dans le moût porté au bain-marie à 70-80 °C sous reflux jusqu'à ce que la teneur en dioxyde de soufre total soit inférieure à 200 mg/l. Veiller à ne provoquer aucune concentration du moût par évaporation de l'eau en utilisant un réfrigérant efficace.

Placer 1 l de moût désulfité dans le récipient pour fermentation et continuer comme il est indiqué pour les moûts frais.

##### *Remarque:*

Si l'on a utilisé du métabisulfite de potassium pour sulfiter le moût, il est nécessaire d'ajouter ce dernier d'acide sulfurique préalablement au désulfitage à raison de 0,25 ml d'acide sulfurique concentré ( $\rho_{20} = 1,84$  g/ml) par gramme de métabisulfite utilisé par litre de moût.

#### 3.2.2.2. Cas des moûts concentrés

Dans le récipient pour fermentation, placer un volume V ml de moût concentré contenant une quantité connue de sucres, voisine de 170 g. Compléter le volume à 1 l avec (1 000 - V) ml d'eau de même rapport isotopique que l'eau du moût naturel témoin. Ensemencer ainsi qu'il est indiqué en 3.2.1. Ajouter 3 g de *Bacto Yeast Nitrogen Base without amino acids DIFCO*. Homogénéiser et poursuivre comme précédemment.

#### 3.2.2.3. Cas du moût de raisins concentré rectifié

Procéder comme il est décrit en 3.2.2.2 en complétant au volume de 1 l avec (1 000 - V) ml d'eau de même rapport isotopique que l'eau du moût naturel témoin dans lequel 3 g d'acide tartrique auront été dissous.

##### *Remarque:*

Réserver un volume de 50 ml d'échantillon de moût ou de moût désulfité ou de moût concentré ou de moût concentré rectifié en vue de l'extraction éventuelle de l'eau et de la détermination de son rapport isotopique  $(D/H)_W^Q$ .

L'extraction de l'eau des moûts pourra se faire très simplement par distillation azeotropique au toluène.

▼ **B**3.3. **Préparation de l'échantillon d'alcool pour la mesure RMN**3.3.1. *Réactifs*

N,N-tétraméthylurée (TMU); utiliser un échantillon de TMU de référence de rapport isotopique D/H donné et contrôlé. Cet échantillon peut être fourni par:

Direction générale «Science, recherche et développement»  
Bureau communautaire de référence  
Rue de la Loi 200  
B-1049 Bruxelles

3.3.2. *Mode opératoire*

— Sonde RMN de 15 mm de diamètre:

Dans un flacon préalablement taré, prélever 7 ml d'alcool obtenu en 3.1.2 et le peser à 0,1 mg près, soit  $m_A$ ; introduire ensuite 3 ml du standard interne (TMU) et peser à 0,1 mg près, soit  $m_{st}$ . Homogénéiser le mélange par agitation.

— Sonde RMN de 10 mm de diamètre:

3,2 ml d'alcool et 1,3 ml de TMU suffisent.

Selon les types de spectromètre et de sonde utilisés (voir paragraphe 4), ajouter une quantité suffisante d'hexafluorobenzène comme substance de stabilisation champ-fréquence (lock).

| Spectromètre | Sonde  |        |
|--------------|--------|--------|
|              | 10 mm  | 15 mm  |
| 7,05 T       | 150 µl | 200 µl |
| 9,4 T        | 35 µl  | 50 µl  |

3.4. **Préparation de l'échantillon d'eau pour la mesure RMN, en vue de la détermination éventuelle de son rapport isotopique**3.4.1. *Réactifs*

N,N-tétraméthylurée (TMU): voir 3.3.1.

3.4.2. *Mode opératoire*

Dans un flacon taré, introduire 3 ml d'eau obtenue en 3.1.2 ou en 3.2 (remarque); les peser à 0,1 mg près, soit  $m'_E$ ; ajouter ensuite 4 ml du standard interne (TMU) et les peser à 0,1 mg près, soit  $m'_{st}$ . Homogénéiser par agitation.

*Remarque:*

Si le laboratoire dispose d'un spectromètre de masse de rapports isotopiques cette mesure pourra être effectuée sur cet instrument pour alléger la charge du spectromètre RMN. Il est en effet nécessaire d'étalonner le rapport  $T_{IV}$  (5.2) pour chaque série de vins étudiée.

4. **ENREGISTREMENT DES SPECTRES RMN <sup>2</sup>H DE L'ALCOOL ET DE L'EAU**

Détermination des paramètres isotopiques.

4.1. **Matériel**

— Spectromètre RMN muni d'une sonde spécifique «deutérium» accordée à la fréquence  $\nu_0$  caractéristique, du champ  $B_0$  (par exemple, pour  $B_0 = 7,05$  T,  $\nu_0 = 46,05$  MHz et pour  $B_0 = 9,4$  T,  $\nu_0 = 61,4$  MHz), possédant un canal de découplage du proton  $B_2$  et un canal de stabilisation champ-fréquence (*lock*) à la fréquence du fluor. La résolution, mesurée sur le spectre, transformé sans multiplication exponentielle (c'est-à-dire  $LB = 0$ ) (figure 2b) et exprimée par la largeur à mi-hauteur des signaux méthyle et méthylène de l'éthanol et du signal méthyle du TMU, doit être inférieure à 0,5 Hz.

La sensibilité mesurée avec un facteur de multiplication exponentielle  $LB$  égal à 2 (figure 2a) doit être supérieure ou égale à 150 pour le signal méthyle de l'éthanol titrant 95 % vol. (93,5 % mas.) Dans ces conditions, l'intervalle de confiance sur la mesure



▼B

de la hauteur du signal, calculé pour une probabilité de 97,5 % (test à 1 aile) et 10 répétitions du spectre, est de 0,35 %.

- Changeur automatique d'échantillons (éventuellement).
- Logiciel de traitement des données.
- Tubes échantillons de 15 mm ou de 10 mm selon les performances du spectromètre.

#### 4.2. Réglages du spectromètre et vérifications

##### 4.2.1. Réglages

Procéder aux réglages habituels d'homogénéité et de sensibilité selon les indications du constructeur.

##### 4.2.2. Vérification de la validité des réglages

Utiliser des éthanols de référence, désignés par les lettres C (éthanol de canne à sucre), V (éthanol de vin) et B (éthanol de betterave), présentant une teneur isotopique différente mais précisément étalonnés. Ils signifient C: alcool de canne à sucre ou de maïs; V: alcool de vin et B: alcool de betterave. Ces échantillons sont fournis par le Bureau communautaire de référence.

En suivant le mode opératoire décrit en 4.3, déterminer les valeurs isotopiques de ces alcools en notant  $C_{mes}$ ,  $V_{mes}$ ,  $B_{mes}$  (voir 5.3).

Les comparer aux valeurs de référence correspondantes, désignées en notant en indice supérieur  $C_{st}$ ,  $B_{st}$ ,  $V_{st}$  (voir 5.3).

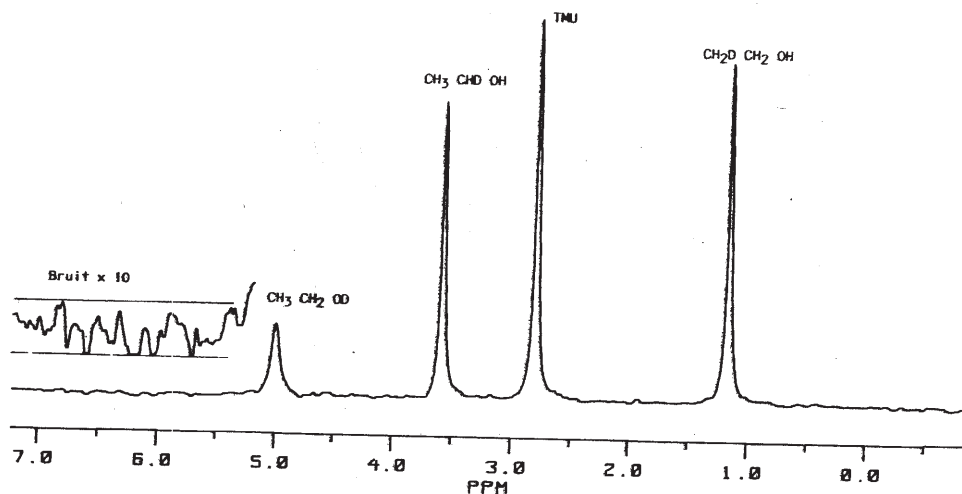


Figure 2a

Spectre RMN  $^2\text{H}$  d'un éthanol de vin avec une référence interne

(TMU: N,N-tétraméthylurée)

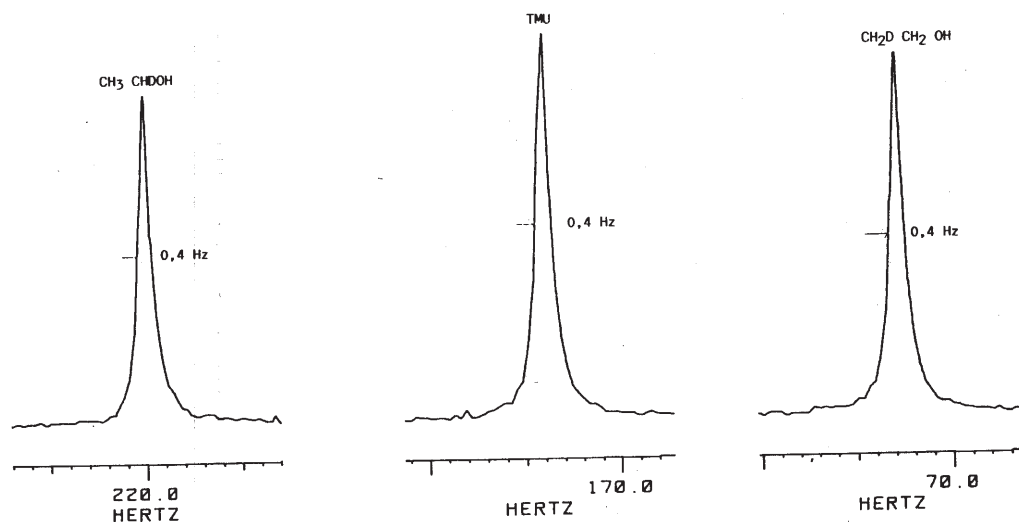
▼B

Figure 2b

Spectre  $^2\text{H}$  de l'éthanol réalisé dans les mêmes conditions que celles de la figure 2a, mais sans multiplication exponentielle ( $\text{LB} = 0$ )

L'écart-type de répétabilité obtenu sur la moyenne de 10 répétitions de chaque spectre doit être inférieur à 0,01 sur le rapport R et inférieur à 0,3 ppm sur  $(\text{D}/\text{H})_I$  et sur  $(\text{D}/\text{H})_{II}$ .

Les valeurs moyennes obtenues pour les différents paramètres isotopiques  $[\text{R}, (\text{D}/\text{H})_I, (\text{D}/\text{H})_{II}]$  doivent se situer dans l'écart-type de répétabilité correspondant, donné, pour ces paramètres pour les trois alcools de référence, par le Bureau communautaire de référence. Sinon reprendre les réglages.

#### 4.3. Conditions d'acquisition des spectres RMN

Placer l'échantillon d'alcool préparé en 3.3 (ou l'échantillon d'eau, préparé en 3.4) dans un tube de 15 ou de 10 mm et l'introduire dans la sonde.

Les conditions d'acquisition des spectres RMN sont les suivantes:

- La température de la sonde (par exemple 302 K) doit être constante.
- Temps d'acquisition de 6,8 s au moins pour 1200 Hz de largeur spectrale (Mémoire 16 K), c'est-à-dire environ 20 ppm à 61.4 MHz ou 27 ppm à 46.1 MHz.
- Impulsion: 90°.
- Régler le délai à l'acquisition; sa valeur doit être du même ordre de grandeur que le temps d'échantillonnage (*dwel time*).
- Détection en quadrature: fixer l' «offset» 01 entre les signaux — OD et — CHD pour l'éthanol et entre les signaux HOD et TMU pour l'eau.
- Déterminer la valeur de l'offset de découplage 02 à partir du spectre protonique mesuré par la bobine de découplage sur le même tube. Un bon découplage est obtenu quand 02 est situé au milieu de l'intervalle de fréquence existant entre les groupes  $\text{CH}_3$  et  $-\text{CH}_2$ . Utiliser le mode de découplage par large bande.

## ▼B

Effectuer pour chaque spectre un nombre NS d'accumulations suffisant pour obtenir le rapport signal-sur-bruit donné en paragraphe 4-1 et répéter NE = 10 fois cette série de NS accumulations. Les valeurs de NS dépendent des types de spectromètre et de sonde utilisés (voir paragraphe 4) et on choisira par exemple:

| Spectromètre | Sonde    |          |
|--------------|----------|----------|
|              | 10 mm    | 15 mm    |
| 7,05 T       | NS = 304 | NS = 200 |
| 9,04 T       | NS = 200 | NS = 128 |

## 5. EXPRESSION DES RÉSULTATS

## 5.1. Cas de l'éthanol

Pour chacun des 10 spectres (voir spectre RMN de l'éthanol, figure 2a), déterminer:

$$— R = 3 \frac{h_{II}}{h_I} = 3 \cdot \frac{\text{hauteur du signal II (CH}_3\text{ CHD OH)}}{\text{hauteur du signal I (CH}_2\text{D CH}_2\text{OH)}}$$

$$— (D/H)_I = 1,5866 \cdot T_I \cdot \frac{m_{st}}{m_A} \cdot \frac{(D/H)_{st}}{t_m^D}$$

$$— (D/H)_{II} = 2,3799 \cdot T_{II} \cdot \frac{m_{st}}{m_A} \cdot \frac{(D/H)_{st}}{t_m^D}$$

avec

$$— T_I = \frac{\text{hauteur du signal I (CH}_2\text{D CH}_2\text{ OH)}}{\text{hauteur du signal du standard interne (TMU)}}$$

$$— T_{II} = \frac{\text{hauteur du signal II (CH}_3\text{T CHD OH)}}{\text{hauteur du signal du standard interne (TMU)}}$$

— CH<sub>3</sub>CHDOH m<sub>st</sub> et m<sub>A</sub> voir 3.3.2.

— t<sub>m</sub><sup>D</sup> voir 3.1.2.3.

— (D/H)<sub>st</sub> = rapport isotopique du standard interne (TMU) indiqué sur le flacon fourni par le Bureau communautaire de référence.

L'utilisation des hauteurs de signaux au lieu des surfaces mesurables avec moins de précision suppose des largeurs de raies à mi-hauteurs égales ce qui est une approximation raisonnable (figure 2b).

## 5.2. Cas de l'eau

Quand le rapport isotopique de l'eau est déterminé par RMN, à partir du mélange eau-TMU, on utilise la relation suivante:

$$— (D/H)_W^Q = 0,9306 \cdot T_{IV} \cdot \frac{m'_{st}}{m'_E} \cdot (D/H)_{st}$$

avec

$$— T_{IV} = \frac{\text{Surface du signal (HOD) de l'eau extraite du vin}}{\text{Surface du signal du standard interne (TMU)}}$$

— m'<sub>st</sub> et m'<sub>E</sub> voir 3.4.2.

— (D/H)<sub>st</sub> = rapport isotopique du standard interne (TMU) indiqué sur le flacon fourni par le Bureau communautaire de référence (BCR).

## 5.3. Pour chacun des paramètres isotopiques, calculer la moyenne des 10 déterminations et l'intervalle de confiance.

Un logiciel optionnel (par exemple RMN-FINS) adaptable sur le calculateur du spectromètre permet d'effectuer ces calculs en ligne.

*Remarque:*

Si, après le réglage du spectromètre, il y a un écart systématique entre les valeurs moyennes obtenues pour les caractéristiques isotopiques des alcools de référence (4.2.2) et les valeurs indiquées par le Bureau communautaire de référence, à l'écart-type près, on pourra appliquer la correction suivante pour retrouver la vraie valeur d'un échantillon X quelconque.

## ▼B

L'interpolation sera effectuée en prenant les valeurs des échantillons de référence qui encadrent celle de l'échantillon X.

Soit  $(D/H)_i X_{\text{mes}}$  la valeur mesurée et  $(D/H)_i X_{\text{corr}}$  la valeur corrigée, on a:

$$(D/H)_i X_{\text{corr}} = (D/H)_i B_{\text{st}} + \alpha [(D/H)_i X_{\text{mes}} - (D/H)_i B_{\text{mes}}]$$

avec

$$\alpha = \frac{-(D/H)}{(D/H)_i^{\text{V}_{\text{mes}}} - (D/H)_i^{\text{B}_{\text{mes}}}}$$

Exemple:

Échantillons de référence fournis et étalonnés par le Bureau communautaire de référence:

$$(D/H)_i^{\text{V}_{\text{st}}} = 102,0 \text{ ppm}$$

$$(D/H)_i^{\text{B}_{\text{st}}} = 91,95 \text{ ppm}$$

Échantillons de référence mesurés par le laboratoire:

$$(D/H)_i^{\text{V}_{\text{mes}}} = 102,8 \text{ ppm}$$

$$(D/H)_i^{\text{B}_{\text{mes}}} = 93,0 \text{ ppm}$$

Échantillon suspect non corrigé:

$$(D/H)_i^{\text{X}_{\text{mes}}} = 100,2 \text{ ppm}$$

On calcule  $\alpha = 1,0255$  et  $(D/H)_i^{\text{X}_{\text{corr}}} = 99,3 \text{ ppm}$

## 6. INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

Comparer la valeur  $R^X$  obtenue pour le rapport R de l'échantillon suspect aux rapports obtenus pour les vins témoins. Si  $R^X$  s'écarte de plus de 2 écarts-type de la valeur moyenne  $R^T$  obtenue pour les vins témoins, il y a présomption d'adultération.

### 6.1. Enrichissement par du sucre de betterave ou du sucre de canne ou du glucose de maïs

#### 6.1.1. Cas de vins

$R^X$  supérieur à  $R^T$ : présomption d'addition de sucre de betterave.

$R^X$  inférieur à  $R^T$ : présomption d'addition de sucre de canne ou de sucre de maïs.

Noter que  $(D/H)_{\text{II}}^X$  et  $(D/H)_{\text{W}}^{\text{OX}}$  sont augmentés.

Examiner  $(D/H)_I^X$ . Il y a présomption de:

— Enrichissement au sucre de betterave:

$(D/H)_I^X$  de l'échantillon suspect est inférieur à  $(D/H)_I^T$ , valeur moyenne obtenue avec les échantillons témoins, de plus de 1 écart-type.

— Enrichissement au sucre de canne ou au sucre de maïs:

$(D/H)_{\text{II}}^X$  est supérieur à  $(D/H)_I^T$ , de plus de 1 écart-type.

— Calcul de l'enrichissement, E, exprimé en % vol. d'éthanol:

— Cas d'un enrichissement au sucre de betterave:

$$E \text{ \% vol.} = t^{\text{V}} \frac{(D/H)_I^T - (D/H)_I^X}{(D/H)_I^T - (D/H)_I^{\text{B}}}$$

$(D/H)_I^{\text{B}}$  - rapport isotopique pour le site I de l'alcool de betterave:  $(D/H)_I^{\text{B}} = 92,5$  <sup>(1)</sup>.

$t^{\text{V}}$  = titre alcoométrique du vin analysé (X)

<sup>(1)</sup> Ces valeurs sont données dans l'attente de la constitution d'une banque de données communautaire.

▼B

— Cas d'un enrichissement au sucre de canne ou de maïs:

$$E \% \text{ vol.} = t^v \frac{(D/H)_I^X - (D/H)_I^T}{(D/H)_I^C - (D/H)_I^T}$$

$(D/H)_I^C$  = rapport isotopique pour le site I de l'alcool de canne à sucre ou de maïs:  $(D/H)_I^C = 110.5$  <sup>(1)</sup>.

$t^v$  = titre alcoométrique du vin analysé (X).

6.1.2. *Cas des moûts, des moûts concentrés et des moûts concentrés rectifiés*

Les valeurs des paramètres isotopiques de l'alcool extrait comme indiqué en 3.1 du produit fermenté obtenu (3.2) à partir du moût, du moût, concentré et du moût concentré rectifié sont examinés selon les prescriptions données en 6 «Interprétation des résultats», point 6.1.1, comparativement à l'alcool extrait du produit de fermentation des moûts naturels témoins.

L'enrichissement, E % vol., exprime le volume d'alcool apporté au produit fermenté. Connaissant la dilution éventuelle effectuée avant la fermentation (moûts concentrés et moûts concentrés rectifiés), en admettant que 16,83 g de sucre donnent 1 % vol. d'alcool, calculer la quantité en masse de sucre ajouté par litre de moût, de moût concentré ou de moût concentré rectifié.

6.2. **Enrichissement par un mélange de sucre de betterave et de sucre de canne ou de glucose de maïs**

Les rapports isotopiques  $(D/H)_I$  et R sont moins modifiés que dans le cas de l'enrichissement avec 1 seul type de sucre.

$(D/H)_{II}$  est augmenté ainsi que  $(D/H)_W^Q$ .

La confirmation de ces additions peut être faite par la détermination du rapport  $^{13}C/^{12}C$  de l'éthanol par spectrométrie masse; ce rapport est augmenté dans ce cas.

<sup>(1)</sup> Ces valeurs sont données dans l'attente de la constitution d'une banque de données communautaire.

**▼B****9. CENDRES****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.

**2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE**

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

**3. APPAREILLAGE**

3.1. Bain d'eau à 100 °C.

3.2. Balance sensible au 1/10<sup>e</sup> de milligramme.

3.3. Plaque chauffante ou évaporateur à infra-rouge.

3.4. Four électrique à régulation de température.

3.5. Dessiccateur.

3.6. Capsule de platine de 70 mm de diamètre et de 25 mm de hauteur à fond plat.

**4. MODE OPÉRATOIRE**

Placer 20 ml de vin dans la capsule de platine préalablement tarée (P<sub>0</sub> g). Évaporer sur bain d'eau à 100 °C, chauffer le résidu sur la plaque chauffante à 200 °C ou sous l'évaporateur à infra-rouge jusqu'à carbonisation. Lorsque le résidu n'émet plus de vapeur, placer la capsule dans le four électrique porté à 525 °C ± 25 °C. Après 15 minutes de carbonisation, retirer la capsule du four, ajouter 5 ml d'eau distillée que l'on évapore ensuite sur le bain d'eau ou sous l'évaporateur à infra-rouge et chauffer à nouveau à 525 °C pendant une dizaine de minutes.

Si la combustion des particules carbonées n'est pas totale, recommencer les opérations de lavage des particules carbonées, d'évaporation de l'eau et d'incinération.

Pour les vins riches en sucres, il est commode d'ajouter à l'extrait quelques gouttes d'huile végétale pure avant la première incinération, pour empêcher le débordement du contenu.

Après refroidissement dans le dessiccateur, la capsule est pesée, soit P<sub>1</sub> g.

Le poids de cendres correspondant à la prise d'essai (20 ml) est:  $p = (P_1 - P_0)$  g.

**5. EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Mode de calcul

Le poids P des cendres exprimé en grammes par litre avec 2 décimales sera:  $P = 50 \cdot p$

**▼B****10. ALCALINITÉ DES CENDRES**

## 1. DÉFINITION

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

## 2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Titrimétrie en présence de méthylorange sur les cendres solubilisées à chaud par un excès connu d'acide titré.

## 3. RÉACTIFS ET MATÉRIEL

- 3.1. Solution 0,05 M d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ )
- 3.2. Solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium (NaOH)
- 3.3. Solution de méthylorange à 0,1 g pour 100 ml dans l'eau distillée
- 3.4. Bain d'eau à 100 °C.

## 4. MODE OPÉRATOIRE

Dans la capsule de platine contenant les cendres de 20 ml de vin ajouter 10 ml de solution 0,05 M d'acide sulfurique (3.1); la placer sur un bain d'eau à 100 °C pendant 15 minutes environ, en écrasant le résidu avec une baguette de verre pour activer la dissolution. Ajouter ensuite 10 gouttes de solution de méthylorange et titrer l'excès d'acide sulfurique par la solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium (3.2) jusqu'à virage au jaune de l'indicateur.

## 5. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Mode de calcul

L'alcalinité des cendres exprimée en milliéquivalents par litre, avec 1 décimale sera:

$$A = 5 (10-n)$$

n = nombre de millilitres d'hydroxyde de sodium 0,1 M.

## ▼B

## 11. CHLORURES

1. PRINCIPE DE LA MÉTHODE
 

Les chlorures sont dosés directement dans le vin par potentiométrie en utilisant l'électrode Ag/AgCl.
2. APPAREILLAGE
  - 2.1. pH mètre millivoltmètre gradué au moins de 2 en 2 mV.
  - 2.2. Agitateur magnétique.
  - 2.3. Électrode Ag/AgCl, avec une solution saturée de nitrate de potassium comme électrolyte.
  - 2.4. Microburette graduée au 1/100<sup>e</sup> de ml.
  - 2.5. Chronomètre.
3. RÉACTIFS
  - 3.1. Solution étalon de chlorures; 2,1027 g de chlorure de potassium, KCl (max. 0,005 % Br), desséchés avant l'emploi par conservation durant quelques jours dans un dessiccateur, sont dissous dans de l'eau distillée; porter au litre: 1 ml de cette solution contient 1 mg de Cl<sup>-</sup>.
  - 3.2. Solution titrée de nitrate d'argent: 4,7912 g de nitrate d'argent, AgNO<sub>3</sub>, pour analyse, sont dissous et portés au litre dans une solution alcoolique à 10 pour 100 (v/v): 1 ml de cette solution correspond à 1 mg de Cl<sup>-</sup>.
  - 3.3. Acide nitrique pur au moins à 65 pour 100 ( $\rho_{20} = 1,40$  g/ml).
4. MODE OPÉRATOIRE
  - 4.1. 5,0 ml de solution étalon de chlorures sont introduits dans un vase cylindrique de 150 ml placé sur un agitateur magnétique, dilués à 100 ml environ avec de l'eau distillée et acidifiés avec 1,0 ml d'acide nitrique à 65 pour 100 au minimum. Après plongée de l'électrode, titrer en ajoutant à la microburette la solution titrée de nitrate d'argent, l'agitation étant modérée. Les additions effectuées sont d'abord de 1,00 ml pour les quatre premiers millilitres, lire les valeurs en millivolts correspondantes. Puis ajouter les 2 ml suivants par fractions de 0,20 ml. Enfin reprendre les additions par fractions de 1 ml jusqu'à ce qu'on ait versé 10 ml au total. Après chaque addition attendre environ 30 secondes avant d'effectuer la lecture des millivolts correspondants. Porter les valeurs obtenues sur un papier millimétré, en fonction des millilitres de solution titrée correspondants et déterminer le potentiel du point équivalent d'après le point singulier de la courbe obtenue.
  - 4.2. 5 ml de la solution étalon de chlorures sont introduits dans un vase cylindrique de 150 ml ainsi que 95 ml d'eau distillée et 1 ml d'acide nitrique à 65 pour 100 au minimum. Plonger l'électrode et titrer en agitant jusqu'à obtention du potentiel du point équivalent. Cette détermination est répétée jusqu'à ce que l'on ait obtenu une bonne concordance des résultats. Il faut effectuer ce contrôle avant chaque série de dosages de chlorures dans les échantillons.
  - 4.3. 50 ml de vin à analyser sont introduits dans un vase cylindrique de 150 ml. Ajouter 50 ml d'eau distillée et 1 ml d'acide nitrique à au moins 65 pour 100 et titrer suivant le procédé indiqué en 4.2.
5. EXPRESSION DES RÉSULTATS
  - 5.1. **Calculs**

Si n représente le nombre de millilitres de solution titrée de nitrate d'argent, la teneur en chlorure du liquide étudié est:

|                   |   |
|-------------------|---|
| $20 \times n$     | exprimée en milligrammes de Cl par litre;                 |
| $0,5633 \times n$ | exprimée en milliéquivalents par litre;                   |
| $32,9 \times n$   | exprimée en milligrammes de chlorure de sodium par litre. |



**▼B**5.2. **Répétabilité (r)**

$r = 1,2$  mg de Cl par litre

$r = 0,03$  mé/l

$r = 2,0$  mg NaCl/l.

5.3. **Reproductibilité (R)**

$R = 4,1$  mg de Cl par litre

$R = 0,12$  mé/l

$R = 6,8$  mg NaCl/l.

6. *Remarque:*

Dosage très précis

On se réfère à la courbe de titration complète obtenue au cours du dosage du liquide étudié par la solution de nitrate d'argent.

a) Placer 50 ml de vin à analyser dans un vase cylindrique de 150 ml. Ajouter 50 ml d'eau distillée et 1 ml d'acide nitrique à au moins 65 pour 100. Titrer au moyen de la solution de nitrate d'argent, en procédant à des additions de 0,5 ml pour lesquelles on relève le potentiel en millivolts correspondant. Déduire de ce premier titrage le volume approximatif de solution de nitrate d'argent nécessaire.

b) Recommencer le dosage dans les mêmes conditions. Procéder tout d'abord à des additions de 0,5 ml de solution titrante jusqu'à ce que le volume versé soit inférieur de 1,5 à 2 ml au volume déterminé en a). Procéder alors à des additions de 0,2 ml; continuer les affusions au-delà du point équivalent approximativement repéré, d'une manière symétrique, par addition de 0,2 ml, puis de 0,5 ml.

Le point final du dosage et le volume de solution de nitrate d'argent exactement consommé est obtenu:

— soit en traçant la courbe et en déterminant le point équivalent;

— soit par le calcul:

$$V = V' + \Delta V_i \frac{\Delta \Delta E_1}{\Delta \Delta E_1 + \Delta \Delta E_2}$$

avec

$V$  = volume de solution titrée au point équivalent;

$V'$  = volume de solution titrée avant le plus grand saut de potentiel.

$\Delta V_i$  = volume constant des fractions de solution titrée ajouté, soit 0,2 ml;

$\Delta \Delta E_1$  = différence de potentiel seconde avant la plus grande variation du potentiel;

$\Delta \Delta E_2$  = différence de potentiel seconde après la plus grande variation du potentiel.

**▼B**

Exemple:

| Volume de solution titrée de AgNO <sub>3</sub> | Potentiel E en mV | Différence Δ E | Différence seconde ΔΔ E |
|--|-------------------|----------------|-------------------------|
| 0  | 204               |                |                         |
| 0,2  | 208               | 4              | 0                       |
| 0,4  | 212               | 4              | 2                       |
| 0,6  | 218               | 6              | 0                       |
| 0,8  | 224               | 6              | 0                       |
| 1,0  | 230               | 6              | 2                       |
| 1,2  | 238               | 8              | 4                       |
| 1,4  | 250               | 12             | 10                      |
| 1,6  | 272               | 22             | 22                      |
| 1,8  | 316               | 44             | 10                      |
| 2,0  | 350               | 34             | 8                       |
| 2,2  | 376               | 26             | 6                       |
| 2,4  | 396               | 20             |                         |

Dans cet exemple, le point final du titrage se situe entre 1,6 et 1,8 ml: car c'est dans cet intervalle qu'apparaît le plus grand saut de potentiel ( $\Delta E = 44 \text{ mV}$ ). Le volume de solution titrée de nitrate d'argent consommé pour doser les chlorures dans la prise d'essai est:

$$V = 1,6 + 0,2 \frac{22}{22 + 10} = 1,74 \text{ ml.}$$



## 12. SULFATES

### 1. PRINCIPE DES MÉTHODES

#### 1.1. Méthode de référence

Précipitation du sulfate de baryum et pesée. Le phosphate de baryum précipité dans les mêmes conditions est éliminé par un lavage du précipité à l'acide chlorhydrique.

Dans le cas des moûts ou des vins riches en dioxyde de soufre, un désulfitage préalable par ébullition à l'abri de l'air est prescrit.

#### 1.2. Méthode rapide d'essai

Classement des vins en plusieurs catégories par une méthode dite des limites, basée sur la précipitation du sulfate de baryum à l'aide d'une solution titrée d'ion baryum.

### 2. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

#### 2.1. Réactifs

2.1.1. Acide chlorhydrique en solution 2 M.

2.1.2. Chlorure de baryum en solution à 200 g/l de  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

#### 2.2. Mode opératoire

##### 2.2.1. Cas général

Introduire dans un tube à centrifugation de 50 ml, 40 ml d'échantillon à analyser; ajouter 2 ml d'acide chlorhydrique 2 M et 2 ml de solution de chlorure de baryum à 200 g/l; agiter avec une baguette de verre; rincer la baguette avec un peu d'eau distillée et abandonner au repos pendant 5 minutes. Centrifuger pendant 5 minutes, puis décanter avec précaution le liquide surnageant.

Laver ensuite le précipité de sulfate de baryum en procédant de la façon suivante: ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique 2 M, mettre le précipité en suspension et centrifuger pendant 5 minutes. Séparer avec précaution le liquide surnageant. Répéter deux fois le lavage du précipité dans les mêmes conditions avec 15 ml d'eau distillée chaque fois.

Transvaser quantitativement en rinçant, avec de l'eau distillée, le précipité dans une capsule de platine tarée et la placer sur un bain d'eau à 100 °C jusqu'à évaporation à sec. Le précipité desséché est calciné plusieurs fois brièvement sur flamme jusqu'à obtention d'un résidu blanc. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser.

Soit m la masse en milligrammes de sulfate de baryum obtenue.

2.2.2. *Cas particulier*: moûts sulfités et vin à teneur élevée en dioxyde de soufre

Procéder au préalable à l'élimination du dioxyde de soufre.

Dans une fiole conique de 500 ml, munie d'une ampoule à robinet et d'un tube de dégagement, introduire 25 ml d'eau et 1 ml d'acide chlorhydrique pur ( $\rho_{20} = 1,15 - 1,18$  g/ml). Faire bouillir cette solution pour chasser l'air et introduire 100 ml de vin par l'ampoule à robinet, tout en maintenant l'ébullition. Poursuivre l'ébullition jusqu'à ce que le volume de liquide contenu dans la fiole conique soit réduit à environ 75 ml et le transvaser quantitativement, après refroidissement dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Procéder au dosage des sulfates sur une prise d'essai de 40 ml, comme il est indiqué en 2.2.1.

#### 2.3. Expression des résultats

##### 2.3.1. Calculs

La teneur en sulfates, exprimée en milligrammes par litre de sulfate de potassium,  $\text{K}_2\text{SO}_4$ , est:

$$18,67 \times m$$

La teneur du moût ou du vin en sulfates est exprimée en milligrammes par litre de sulfate de potassium, sans décimale.

▼ **B**

2.3.2. *Répétabilité*

jusqu'à 1 000 mg/l:  $r = 27$  mg/l

environ 1 500 mg/l:  $r = 41$  mg/l

2.3.3. *Reproductibilité*

jusqu'à 1 000 mg/l:  $R = 51$  mg/l

environ 1 500 mg/l:  $R = 81$  mg/l

▼ **M8**

---

**13. ACIDITÉ TOTALE**

## 1. DÉFINITION

L'acidité totale est la somme des acidités titrables lorsqu'on amène le pH à 7 par addition d'une solution alcaline titrée.

Le dioxyde de carbone n'est pas compris dans l'acidité totale.

## 2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Titration potentiométrique ou titration en présence de bleu de bromothymol comme indicateur de fin de réaction par comparaison à un étalon de coloration.

## 3. RÉACTIFS

## 3.1. Solution tampon pH 7,0:

Phosphate monopotassique  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ : 107,3 g

Solution M d'hydroxyde de sodium (NaOH): 500 ml

Eau q.s.p.: 1 000 ml.

Les solutions tampons de référence du commerce peuvent également être utilisées.

## 3.2. Solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium (NaOH).

## 3.3. Solution de bleu de bromothymol à 4 g/l.

Bleu de bromothymol ( $\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{O}_5\text{S}$ ) ..... 4 g

Alcool neutre 96 % vol. .... 200 ml

Après solubilisation ajouter:

Eau sans  $\text{CO}_2$  ..... 200 ml

Solution M d'hydroxyde de sodium

q.s.p. coloration bleu-vert (pH 7) ..... 7,5 ml

Eau q.s.p. .... 1 000 ml

## 4. APPAREILLAGE

## 4.1. Trompe à vide à eau.

## 4.2. Fiole à vide de 500 ml.

## 4.3. Potentiomètre à échelle étalonnée en unités pH et électrodes. L'électrode de verre doit être conservée dans l'eau distillée. L'électrode au calomel-chlorure de potassium saturé doit être conservée dans une solution saturée de chlorure de potassium. Une électrode combinée est le plus souvent employée, la conserver dans l'eau distillée.

## 4.4. Vases cylindriques de 50 ml de capacité (cas des vins) et de 100 ml de capacité (cas des moûts concentrés rectifiés).

## 5. MODE OPÉRATOIRE

## 5.1. Préparation de l'échantillon

## 5.1.1. Cas des vins

Élimination du dioxyde de carbone. Placer environ 50 ml de vin dans une fiole à vide, agiter et en même temps faire le vide au moyen de la trompe à vide à eau. L'agitation doit durer 1 à 2 minutes.

## 5.1.2. Cas des moûts concentrés rectifiés

Introduire 200 g de moût concentré rectifié exactement pesé dans un ballon jaugé de 500 ml. Compléter au trait avec de l'eau. Homogénéiser.

**▼B****5.2. Titrage potentiométrique**5.2.1. *Étalonnage du pH mètre*

L'étalonnage du pH mètre s'effectue à 20 °C en suivant les indications données pour l'appareil utilisé avec la solution tampon de pH 7,00 à 20 °C.

5.2.2. *Technique d'une mesure*

Dans un vase cylindrique (4.4) placer un volume d'échantillon, préparé comme indiqué en 5.1, égal à 10 ml dans le cas du vin et à 50 ml dans le cas du moût concentré rectifié. Ajouter 10 ml environ d'eau distillée et verser à la burette la solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium (3.2) jusqu'à ce que le pH soit égal à 7 à 20 °C. L'addition de liqueur alcaline doit être faite lentement et la solution constamment agitée. Soit *n* le nombre de millilitres de NaOH 0,1 M versés.

**5.3. Titrage avec indicateur (bleu de bromothymol)**5.3.1. *Essai préalable: établissement de l'étalon de coloration*

Dans un vase cylindrique (4.4), placer 25 ml d'eau distillée bouillie, 1 ml de solution de bleu de bromothymol (3.3) et un volume préparé comme indiqué en 5.1 égal à 10 ml dans le cas du vin et à 50 ml dans le cas du moût concentré rectifié. Ajouter la solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium (3.2) jusqu'à obtention d'une coloration bleu-vert. Ajouter 5 ml de la solution tampon pH 7 (3.1).

5.3.2. *Dosage*

Dans un vase cylindrique (4.4), placer 30 ml d'eau distillée bouillie, 1 ml de solution de bleu de bromothymol (3.3), un volume d'échantillon préparé comme indiqué en 5.1 égal à 10 ml dans le cas du vin et à 50 ml dans le cas du moût concentré rectifié. Ajouter la solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium (3.2) jusqu'à obtention d'une coloration identique à celle obtenue à l'essai préalable (5.3.1). Soit *n* le nombre de millilitres de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M versés.

**6. EXPRESSION DES RÉSULTATS****6.1. Mode de calcul**6.1.1. *Cas des vins*

L'acidité totale exprimée en milliéquivalents par litre sera:

$$A = 10 n$$

Elle est donnée avec 1 décimale.

L'acidité totale exprimée en grammes d'acide tartrique par litre sera:

$$A' = 0,075 \cdot A$$

Elle est donnée avec 1 décimale.

6.1.2. *Cas des moûts concentrés rectifiés*

— Acidité totale exprimée en milliéquivalents par kilogramme de moût concentré rectifié:  $a = 5 \cdot n$

— Acidité totale exprimée en milliéquivalents par kilogramme de sucres totaux:

$$A = \frac{500 \cdot n}{P}$$

*P* = teneur pour 100 (m/m) en sucres totaux.

Elle est exprimée avec 1 décimale.

**6.2. Répétabilité (r) pour le titrage avec indicateur**

$$r = 0,9 \text{ me/l}$$

$$r = 0,07 \text{ g d'acide tartrique/l}$$

pour les vins blancs, rosés et rouges.

**▼B**6.3. **Reproductibilité (R) pour le titrage avec indicateur (5.3)**

Pour les vins blancs et rosés:

R = 3,6 me/l

R = 0,3 g d'acide tartrique/l.

Pour les vins rouges:

R = 5,1 me/l

R = 0,4 g d'acide tartrique/l.

## ▼B

## 14. ACIDITÉ VOLATILE

## 1. DÉFINITION

L'acidité volatile est constituée par les acides appartenant à la série acétique qui se trouvent dans le vin à l'état libre et à l'état salifié.

## 2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Titration des acides volatiles séparés du vin par entraînement à la vapeur d'eau et rectification des vapeurs.

Le vin est au préalable débarrassé du dioxyde de carbone.

L'acidité du dioxyde de soufre libre et du dioxyde de soufre combiné distillés dans ces conditions doit être retranchée de l'acidité du distillat.

L'acidité de l'acide sorbique éventuellement ajouté au vin doit également être retranchée.

*Remarque:*

L'acide salicylique utilisé dans certains pays pour stabiliser les vins préalablement à l'analyse se retrouve en partie dans le distillat. Il est nécessaire de le doser et de le défalquer de l'acidité. La méthode de dosage est donnée au paragraphe 7 de ce chapitre.

## 3. RÉACTIFS

- 3.1. Acide tartrique cristallisé ( $C_4H_6O_6$ )
- 3.2. Solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium (NaOH)
- 3.3. Solution de phénolphtaléine à 1 pour 100 dans l'alcool à 96 % vol. neutre
- 3.4. Acide chlorhydrique ( $\rho_{20} = 1,18$  à  $1,19$  g/ml) dilué 1/4 (v/v)
- 3.5. Solution 0,005 M d'iode ( $I_2$ )
- 3.6. Iodure de potassium cristallisé (KI)
- 3.7. Empois d'amidon à 5 g/l:  
Délayer 5 g d'amidon dans 500 ml d'eau environ. Porter à ébullition en agitant et maintenir l'ébullition pendant 10 minutes; ajouter 200 g de chlorure de sodium. Porter au litre après refroidissement.
- 3.8. Solution saturée de borate de sodium ( $Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O$ ), soit environ 55 g/l à 20° C.

## 4. APPAREILLAGE

- 4.1. Appareil à entraînement à la vapeur d'eau composé:
  - 1) d'un générateur de vapeur d'eau; la vapeur d'eau produite doit être exempte de dioxyde de carbone;
  - 2) d'un barboteur;
  - 3) d'une colonne rectificatrice;
  - 4) d'un réfrigérant.

Cet appareil doit répondre aux trois essais suivants:

- a) placer dans le barboteur 20 ml d'eau bouillie; recueillir 250 ml de distillat et les additionner de 0,1 ml de solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium (3.2) et II gouttes de la solution de phénolphtaléine (3.3); la coloration rose doit être stable pendant au moins 10 secondes (vapeur d'eau exempte de dioxyde de carbone).
- b) Placer dans le barboteur 20 ml d'une solution 0,1 M d'acide acétique. Recueillir 250 ml de distillat. Titrer avec la solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium (3.2). Le volume versé doit être au moins égal à 19,9 ml. (Acide acétique entraîné  $\geq 99,5$  %).
- c) Placer dans le barboteur 20 ml d'une solution M d'acide lactique. Recueillir 250 ml de distillat et titrer l'acidité avec la solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium (3.2).

Le volume versé doit être inférieur ou égal à 1,0 ml (Acide lactique distillé  $\leq 0,5$  %).



**▼B**

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

4.2. Trompe à vide d'eau.

4.3. Firole à vide.

5. **MODE OPÉRATOIRE**

5.1. **Préparation de l'échantillon:** élimination du dioxyde de carbone.

Placer environ 50 ml de vin dans une firole à vvide; agiter et en même temps faire le vide au moyen de la trompe à vide d'eau. L'agitation doit durer 1 à 2 minutes.

5.2. **Entraînement à la vapeur d'eau.**

Placer 20 ml de vin décarboniqué comme indiqué en 5.1 dans le barboteur. Ajouter 0,5 g environ d'acide tartrique (3.1). Recueillir au moins 250 ml de distillat.

5.3. **Titrage**

Titrer par la solution 0,1 M d'hydroxyde (3.2) de sodium en présence de II gouttes de solution de phénolphtaléine (3.3), soit n ml le volume versé.

Ajouter IV gouttes d'acide chlorhydrique dilué 1/4 (3.4), 2 ml d'empois d'amidon (3.7) et quelques cristaux d'iodure de potassium (3.6). Titrer le dioxyde de soufre libre par la solution 0,005 M d'iode (3.5). Soit n' ml le volume versé.

Ajouter la solution saturée de borate de sodium (3.8) jusqu'à réapparition de la coloration rose. Titrer le dioxyde de soufre combiné par la solution 0,005 M d'iode (3.5). Soit n'' ml le volume versé.

6. **EXPRESSION DES RÉSULTATS**

6.1. **Mode de calcul**

L'acidité volatile exprimée en milliéquivalents par litre avec 1 décimale sera:

$$A = 5 (n - 0,1 n' - 0,05 n'')$$

L'acidité volatile exprimée en grammes d'acide acétique par litre avec 2 décimales sera:

$$0,300 (n - 0,1 n' - 0,05 n'')$$

6.2. **Répétabilité (r)**

$$r = 0,7 \text{ me/l}$$

$$r = 0,04 \text{ g d'acide acétique/l.}$$

6.3. **Reproductibilité (R)**

$$R = 1,3 \text{ me/l}$$

$$R = 0,08 \text{ g d'acide acétique/l.}$$

6.4. **Cas d'un vin additionné d'acide sorbique**

L'acide sorbique étant entraînable à la vapeur d'eau à 96 % pour un volume de distillat de 250 ml, son acidité doit être retranchée de l'acidité volatile, sachant que 100 mg d'acide sorbique correspondent à une acidité de 0,89 milliéquivalent, ou de 0,053 g d'acide acétique et connaissant la teneur en acide sorbique (mg/l) déterminée par ailleurs.

7. **DOSAGE DE L'ACIDE SALICYLIQUE ENTRAÎNÉ DANS LE DISTILLAT DE L'ACIDITÉ VOLATILE**

7.1. **Principe**

Après le dosage de l'acidité volatile et la correction du dioxyde de soufre, la présence d'acide salicylique est caractérisée, après acidification, par la coloration violette qui apparaît après addition d'un sel de fer III.

▼B

Le dosage de l'acide salicylique entraîné dans le distillat avec l'acidité volatile est effectué sur un deuxième distillat de volume égal à celui sur lequel a été effectué le dosage de l'acidité volatile. Dans ce distillat, l'acide salicylique est dosé par une méthode colorimétrique de comparaison. Il est défalqué de l'acidité du distillat de l'acidité volatile.

7.2. **Réactifs**

- 7.2.1. Acide chlorhydrique (HCl) ( $\rho_{20} = 1,18$  à  $1,19$  g/ml).
- 7.2.2. Thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ ) 0,1 M.
- 7.2.3. Solution de sulfate de fer III et d'ammonium [ $\text{Fe}_2 (\text{SO}_4)_3, (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$ ] à 10 p. 100 (m/v).
- 7.2.4. Solution de salicylate de sodium 0,01 M. Solution contenant 1,60 g/l de salicylate de sodium ( $\text{Na C}_7 \text{H}_5 \text{O}_3$ ).

7.3. **Mode opératoire**

- 7.3.1. *Caractérisation de l'acide salicylique dans le distillat de l'acidité volatile.*

Immédiatement après le dosage de l'acidité volatile et la correction du dioxyde de soufre libre et combiné ajouter dans la fiole conique 0,5 ml d'acide chlorhydrique (7.2.1), 3 ml de la solution 0,1 M de thiosulfate de sodium (7.2.2) et 1 ml de la solution de sulfate de fer III et d'ammonium (7.2.3).

En présence d'acide salicylique, une coloration violette apparaît.

- 7.3.2. *Dosage de l'acide salicylique*

Sur la fiole conique précédente, indiquer par un trait repère le volume du distillat. Vider et rincer la fiole.

Soumettre à l'entraînement à la vapeur d'eau une nouvelle prise d'essai de 20 ml de vin et recueillir le distillat dans la fiole conique jusqu'au trait repère. Ajouter 0,3 ml d'acide chlorhydrique pur (7.2.1) et 1 ml de la solution de sulfate de fer III et d'ammonium (7.2.3). Le contenu de la fiole conique se colore en violet.

Dans une fiole conique identique à celle portant le trait repère, placer de l'eau distillée jusqu'au même niveau que celui du distillat. Ajouter 0,3 ml d'acide chlorhydrique pur (7.2.1), 1 ml de solution de sulfate de fer III et d'ammonium (7.2.3). Verser à la burette la solution de salicylate de sodium 0,01 M (7.2.4) jusqu'à obtention d'une coloration violette de même intensité que celle de la fiole conique contenant le distillat de vin.

soit  $n'''$ , le nombre de millilitres versés.

7.4. **Correction de l'acidité volatile**

Retrancher le volume  $0,1 \cdot n'''$  du volume  $n$  ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M utilisé pour titrer l'acidité du distillat lors du dosage de l'acidité volatile.

**▼B**

**15. ACIDITÉ FIXE**

1. PRINCIPE

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

2. EXPRESSION DES RÉSULTATS

L'acidité fixe est exprimée:

- en milliéquivalents par litre,
- en grammes d'acide tartrique par litre.

## ▼B

## 16. ACIDE TARTRIQUE

## 1. PRINCIPE DES MÉTHODES

## 1.1. 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, concentration des ions précipitants, sont telles que la précipitation du racémate de calcium est totale tandis que le D (-) tartrate de calcium demeure en solution.

Lorsque le vin a été additionné d'acide métatartrique, qui rend la précipitation du racémate de calcium incomplète, il devra subir un traitement préalable d'hydrolyse.

## 1.2. 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.

## 2. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

## 2.1. Méthode pondérale

## 2.1.1. Réactifs

## 2.1.1.1. Solution d'acétate de calcium contenant 10 g/l de calcium:

|   |       |
|---|-------|
| Carbonate de calcium: Ca CO <sub>3</sub> .....                            | 25 g  |
| Acide acétique (CH <sub>3</sub> COOH) (ρ <sub>20</sub> = 1,05 g/ml) ..... | 40 ml |
| Eau q.s.p. ....   | 1 l   |

2.1.1.2. Racémate de calcium cristallisé: CaC<sub>4</sub>O<sub>6</sub>H<sub>4</sub>, 4H<sub>2</sub>O:

Dans un vase cylindrique de 400 ml, introduire 20 ml d'une solution d'acide L(+) tartrique à 5 g/l, 20 ml d'une solution de D(-) tartrate d'ammonium à 6,126 g/l et 6 ml de la solution d'acétate de calcium à 10 g/l de calcium (2.1.1.1).

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.

## 2.1.1.3. Liqueur de précipitation (pH 4,75):

|   |          |
|---|----------|
| — Acide D(-) tartrique .....  | 122 mg   |
| — Hydroxyde d'ammonium (ρ <sub>20</sub> = 0,97 g/ml) dilué à 25 % (v/v) ..... | 0,3 ml   |
| — Solution d'acétate de calcium à 10 g de calcium par litre .....             | 8,8 ml   |
| Eau q.s.p. ....   | 1 000 ml |

Dissoudre l'acide D(-) tartrique et ajouter l'hydroxyde d'ammonium; porter le volume à 900 ml environ; ajouter 8,8 ml de solution d'acétate de calcium (2.1.1.1) et après mélange ajuster le pH à 4,75 avec l'acide acétique. 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 heures et de filtrer.

## 2.1.2. Mode opératoire

## 2.1.2.1. Cas des vins non additionnés d'acide métatartrique

Dans un vase cylindrique de 600 ml, placer 500 ml de liqueur de précipitation et 10 ml de vin. Mélanger et amorcer la précipitation en

▼B

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  $\text{Ca}_4\text{O}_6\text{H}_4$  cristallisé avec 4 molécules d'eau.

## 2.1.2.2. 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 ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\rho_{20} = 1,05$  g/ml). 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.

## 2.1.3. Expression des résultats

Une molécule de racémate de calcium correspond à une demi-molécule d'acide L(+) tartrique du vin.

La quantité d'acide tartrique par litre de vin, exprimée en milliéquivalents est égale à: 384,5 p.

Elle est donnée avec 1 décimale.

La quantité d'acide tartrique par litre de vin, exprimée en grammes d'acide tartrique, est égale à: 28,84 p.

Elle est donnée avec 1 décimale.

La quantité d'acide tartrique par litre de vin, exprimée en grammes de tartrate acide de potassium, est égale à: 36,15 p.

Elle est donnée avec 1 décimale.

## 2.2. Dosage volumétrique de comparaison

## 2.2.1. Réactifs

2.2.1.1. Acide chlorhydrique (HCl) ( $\rho_{20} = 1,18$  à  $1,19$  g/ml) dilué au 1/5 (v/v).

2.2.1.2. Solution d'EDTA 0,05 M:

|  |          |
|--|----------|
| EDTA (sel disodique bihydraté de l'acide éthylènediaminetétracétique ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) ..... | 18,61 g  |
| Eau distillée q.s.p. ....  | 1 000 ml |

2.2.1.3. Solution d'hydroxyde de sodium à 40 % (m/v):

|                                  |        |
|----------------------------------|--------|
| Hydroxyde de sodium (NaOH) ..... | 40 g   |
| Eau distillée q.s.p. ....        | 100 ml |

2.2.1.4. Indicateur complexométrique à l'acide calcone-carbonique: 1 % (m/m)

|  |       |
|--|-------|
| Acide calcone carbonique ou acide 2-hydroxy-4-sulfo-1-naphtylazo-3-naphtoïque ( $\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_7\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) ..... | 1 g   |
| Sulfate de sodium anhydre ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) .....   | 100 g |

## 2.2.2. Mode opératoire

Après pesée, replacer le creuset contenant le précipité de racémate de calcium sur la fiole à vide et dissoudre le précipité avec 10 ml d'acide chlorhydrique dilué (2.2.1.1). Laver le creuset filtrant avec 50 ml d'eau distillée.

**▼B**

Ajouter 5 ml de solution d'hydroxyde de sodium 40 % (2.2.1.3) et 30 mg environ d'indicateur (2.2.1.4). Titrer par l'EDTA 0,05 M (2.2.1.2). Soit  $n$  le nombre de millilitres versés.

2.2.3. *Expression des résultats*

La quantité d'acide tartrique par litre de vin, exprimée en milliéquivalents est égale à:  $5 n$ .

Elle est donnée avec 1 décimale.

La quantité d'acide tartrique par litre de vin, exprimée en grammes d'acide tartrique est égale à:  $0,375 n$ .

Elle est donnée avec 1 décimale.

La quantité d'acide tartrique par litre de vin exprimée en grammes de tartrate acide de potassium est égale à:  $0,470 n$ .

Elle est donnée avec 1 décimale.

**▼M8**

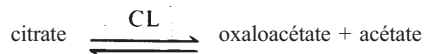
---

▼B

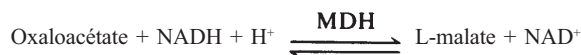
## 17. ACIDE CITRIQUE

## 1. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

L'acide citrique est transformé en oxaloacétate et acétate dans une réaction catalysée par la citrate-lyase (CL):



En présence de la malate-deshydrogénase (MDH) et de la lactatedeshydrogénase (LDH), l'oxaloacétate et son dérivé de décarboxylation, le pyruvate, sont réduits en L-malate et en L-lactate par le nicotinamide-adénine-dinucléotide réduit (NADH):



La quantité de NADH oxydé en NAD<sup>+</sup> dans ces réactions est proportionnelle au citrate présent. L'oxydation du NADH est mesurée par la diminution de son absorbance à la longueur d'onde 340 nm.

## 2. RÉACTIFS

## 2.1. Tampon pH 7,8

(glycylglycine 0,51 M; pH = 7,8; Zn<sup>2+</sup>: 0,6 × 10<sup>-3</sup>M):

dissoudre 7,13 g de glycylglycine dans environ 70 ml d'eau bidistillée.

Ajuster le pH à 7,8 avec environ 13 ml de solution d'hydroxyde de sodium 5 M; ajouter 10 ml de solution de chlorure de zinc ZnCl<sub>2</sub>, à 80 mg dans 100 ml et porter à 100 ml avec de l'eau bidistillée.

La solution reste stable pendant au moins 4 semaines à + 4 °C.

2.2. Solution de nicotinamide-adénine-dinucléotide réduit (NADH), environ 6.10<sup>-3</sup> M, dissoudre 30 mg de NADH et 60 mg de NaHCO<sub>3</sub> avec 6 ml d'eau bidistillée.

## 2.3. Solution de malate deshydrogénase/lactate deshydrogénase, (MDH/LDH) (0,5 mg MDH/ml; 2,5 mg LDH/ml): on fait un mélange de 0,1 ml MDH (5 mg MDH/ml), 0,4 ml de solution de sulfate d'ammonium (3,2 M) et 0,5 ml LDH (5 mg/ml). Cette suspension est stable pendant au moins un an à + 4 °C.

## 2.4. Citrate-lyase CL (5 mg de protéine/ml). Dissoudre 168 mg de lyophilisat dans 1 ml d'eau glacée. La solution est stable pendant au moins une semaine à + 4 °C et pendant au moins 4 semaines sous forme congelée.

Il est recommandé de procéder, préalablement au dosage, à la vérification de l'activité de l'enzyme.

## 2.5. Polyvinylpyrrolidone (PVPP)

*Remarque:*

L'ensemble des réactifs nécessaires pour ce dosage est commercialisé.

## 3. APPAREILLAGE

## 3.1. Spectrophotomètre permettant d'effectuer les mesures à 340 nm, maximum d'absorption du NADH.

À défaut, photomètre à spectre discontinu permettant d'effectuer les mesures à 334 nm ou à 365 nm. S'agissant de mesures absolues d'absorbance (pas de gamme d'étalonnage, mais référence au coefficient d'extinction du NADH), les échelles des longueurs d'onde et des absorbances de l'appareil doivent être contrôlées.

## 3.2. Cuves de verre de 1 cm de trajet optique ou cuves à usage unique.

## 3.3. Micropipettes permettant de prélever des volumes allant de 0,02 à 2 ml.

**▼B**

## 4. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Le dosage du citrate s'effectue généralement directement sur le vin sans décoloration préalable et sans dilution, à condition que la teneur en acide citrique soit inférieure à 400 mg/l. Sinon, procéder à la dilution du vin de manière que la concentration en citrate se situe entre 20 et 400 mg/l (quantité de citrate dans la prise d'essai comprise entre 5 µg et 80 µg).

Dans le case de vin rouge riche en composés phénoliques, il est recommandé de le traiter au préalable par la PVPP:

mettre en suspension dans l'eau 0,2 g environ de PVPP, laisser reposer 15 minutes. Filtrer sur filtre plissé.

À 10 ml de vin placé dans une fiole conique de 50 ml, ajouter la PVPP humide prélevée à la spatule sur le filtre. Agiter pendant 2 à 3 minutes. Filtrer.

## 5. MODE OPÉRATOIRE

Le spectrophotomètre étant réglé sur la longueur d'onde 340 nm, les mesures d'absorbance se font dans les cuves de 1 cm, l'absorbance zéro étant réglée par rapport à l'air (pas de cuve sur le trajet optique). Dans les cuves de 1 cm d'épaisseur, introduire:

|                 | Témoin  | Dosage  |
|-----------------|---------|---------|
| Solution 2.1    | 1,00 ml | 1,00 ml |
| Solution 2.2    | 0,10 ml | 0,10 ml |
| Échantillon     | —       | 0,20 ml |
| Eau bidistillée | 2,00 ml | 1,80 ml |
| Solution 2.3    | 0,02 ml | 0,02 ml |

Mélanger; après environ 5 minutes, lire les absorbances des solutions témoin et dosage ( $A_1$ ).

Ajouter:

|              |         |         |
|--------------|---------|---------|
| Solution 2.4 | 0,02 ml | 0,02 ml |
|--------------|---------|---------|

Mélanger; attendre la fin de la réaction (environ 5 minutes) et lire les absorbances des solutions témoin et dosage ( $A_2$ ).

Déterminer les différences d'absorbances ( $A_1 - A_2$ ) du témoin et du dosage.

Déduire la différence d'absorbances du témoin de la différence d'absorbances du dosage:

$$\Delta A = \Delta A_D - \Delta A_T$$

*Remarque:*

Le temps nécessaire à l'action des enzymes peut varier d'un lot à l'autre. Il n'est donné ci-dessus qu'à titre indicatif. Il est recommandé de le déterminer pour chaque lot.

## 6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en acide citrique est donnée, en milligrammes par litre (mg/l) sans décimale.

## 6.1. Mode de calcul

La concentration en milligrammes par litre est donnée par la formule générale:

$$C = \frac{V \cdot PM}{\varepsilon \cdot d \cdot v} \cdot \Delta A$$

V = volume du test en millilitres (ici 3,14 ml)

v = volume de l'échantillon en millilitres (ici 0,2 ml)

P.M = masse moléculaire de la substance à doser (ici, acide citrique anhydre = 192,1)

d = trajet optique de la cuve en centimètres (ici 1 cm)

$\varepsilon$  = coefficient d'absorption du NADH; à 340 nm,



**▼B**

$$\varepsilon = 6,3 \text{ mmole}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}.$$

On obtient:

$$C = 479 \times \Delta A$$

Si une dilution a été effectuée lors de la préparation de l'échantillon, multiplier le résultat par le facteur de dilution.

*Remarque:*

$$\text{à } 334 \text{ nm: } C = 488 \times \Delta A \text{ (} \varepsilon = 6,2 \text{ mmole}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}\text{)}$$

$$\text{à } 365 \text{ nm: } C = 887 \times \Delta A \text{ (} \varepsilon = 3,4 \text{ mmole}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}\text{)}$$

**6.2. Répétabilité (r)**

Teneur en acide citrique inférieure à 400 mg/l: r = 14 mg/l.

Teneur en acide citrique supérieure à 400 mg/l: r = 28 mg/l.

**6.3. Reproductibilité (R)**

Teneur en acide citrique inférieure à 400 mg/l: R = 39 mg/l.

Teneur en acide citrique supérieure à 400 mg/l: R = 65 mg/l.

▼B

## 18. ACIDE LACTIQUE

## 1. PRINCIPE DES MÉTHODES

## 1.1. Méthode de référence

En présence de nicotinamide-adénine-dinucléotide (NAD) l'acide lactique total (L-lactate et D-lactate) est oxydé en pyruvate dans une réaction catalysée par la L-lactate déshydrogénase (L-LDH) et la D-lactate déshydrogénase (D-LDH).

L'équilibre de la réaction est en faveur du lactate. L'élimination du pyruvate du milieu réactionnel déplace l'équilibre de la réaction dans le sens de la formation de pyruvate.

En présence de L-glutamate, le pyruvate est transformé en L-alanine, réaction catalysée par la glutamate-pyruvate-transaminase (GPT)



La formation de NADH, mesurée par l'augmentation de l'absorbance à la longueur d'onde de 340 nm, est proportionnelle à la quantité de lactate présente.

*Remarque:*

L'acide L-lactique peut être déterminé individuellement par application des réactions (1) et (3).

L'acide D-lactique peut être déterminé individuellement par application des réactions (2) et (3).

## 1.2. Méthode usuelle

L'acide lactique, séparé sur colonne de résine échangeuse d'anions, est oxydé en éthanal et dosé par colorimétrie après réaction avec le nitroprussiate et la pipéridine.

## 2. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

## 2.1. Réactifs

- 2.1.1. Solution tampon pH 10 (glycylglycine 0,6 mole/l; L-glutamate 0,1 mole/l).

Dissoudre 4,75 g de glycylglycine, 0,88 g d'acide L-glutamique dans environ 50 ml d'eau bidistillée; ajuster le pH à 10 avec quelques millilitres de solution d'hydroxyde de sodium 10 M et porter à 60 ml avec de l'eau bidistillée.

La solution reste stable pendant au moins 12 semaines à + 4 °C.

- 2.1.2. Solution de nicotinamide-adénine-dinucléotide (NAD) environ  $40 \times 10^{-3}$  M; dissoudre 900 mg de NAD dans 30 ml d'eau bidistillée. La solution reste stable pendant au moins 4 semaines à + 4 °C.
- 2.1.3. Suspension de glutamate-pyruvate-transaminase (GPT) à 20 mg/ml. La suspension est stable pendant au moins un an à + 4 °C.
- 2.1.4. Suspension de L-lactate-déshydrogénase (L-LDH) à 5 mg/ml. La suspension est stable pendant au moins un an à + 4 °C.
- 2.1.5. Suspension de D-lactate-déshydrogénase (D-LDH) à 5 mg/ml. La suspension est stable pendant au moins un an à + 4 °C.

Il est recommandé de procéder, préalablement au dosage, à la vérification de l'activité de l'enzyme.

*Remarque:*

L'ensemble des réactifs nécessaires pour le dosage est commercialisé.

**▼B****2.2. Appareillage**

2.2.1. Spectrophotomètre permettant d'effectuer les mesures à 340 nm, maximum d'absorption du NADH.

À défaut, photomètre à spectre discontinu permettant d'effectuer les mesures à 334 nm ou à 365 nm.

S'agissant de mesures absolues d'absorbance (pas de gamme d'étalonnage, mais référence au coefficient d'extinction du NADH), les échelles des longueurs d'onde et des absorbances de l'appareil doivent être contrôlées.

2.2.2. Cuves de verre de 1 cm de trajet optique ou cuves à usage unique.

2.2.3. Micropipettes permettant de prélever des volumes compris entre 0,02 et 2 ml.

**2.3. Préparation de l'échantillon**

Éviter de toucher avec les doigts la partie de la verrerie qui entre en contact avec le milieu réactionnel, ceci pouvant être une cause d'apport d'acide L-lactique qui fausserait le résultat.

Le dosage du lactate s'effectue généralement directement sur le vin sans décoloration préalable et sans dilution si la concentration en acide lactique est inférieure à 100 mg/l. Si la concentration du vin en acide lactique est comprise entre:

100 mg/l et 1 g/l diluer 1/10<sup>e</sup> avec de l'eau bidistillée;

1 g/l et 2,5 g/l diluer 1/25<sup>e</sup> avec de l'eau bidistillée;

2,5 g/l et 5 g/l diluer 1/50<sup>e</sup> avec de l'eau bidistillée.

**2.4. Mode opératoire****2.4.1. Dosage de l'acide lactique total**

La solution tampon doit être ramenée à 20-25 °C avant de procéder au dosage.

Le spectrophotomètre étant réglé sur la longueur d'onde 340 nm, les mesures d'absorbance se font dans les cuves de 1 cm de trajet optique, l'absorbance zéro étant réglée par rapport à l'air (pas de cuve sur le trajet optique) ou par rapport à l'eau.

Dans les cuves de 1 cm de trajet optique introduire:

|                  | Témoin  | Dosage  |
|------------------|---------|---------|
| Solution 2.1.1   | 1,00 ml | 1,00 ml |
| Solution 2.1.2   | 0,20 ml | 0,20 ml |
| Eau bidistillée  | 1,00 ml | 0,80 ml |
| Suspension 2.1.3 | 0,02 ml | 0,02 ml |
| Échantillon      | -       | 0,20 ml |

Mélanger à l'aide d'un agitateur de verre ou d'une baguette de matière synthétique à bout aplati; après environ 5 minutes, mesurer les absorbances des solutions témoin et dosage ( $A_1$ ).

Ajouter 0,02 ml de solution 2.1.4 et 0,05 ml de solution 2.1.5, homogénéiser, attendre la fin de la réaction (environ 30 minutes) et mesurer les absorbances des solutions témoin et dosage ( $A_2$ ).

Déterminer les différences d'absorbances ( $A_2 - A_1$ ) du témoin et du dosage.

Déduire la différence d'absorbances du témoin de la différence d'absorbance du dosage.

$$\Delta A = \Delta A_D - \Delta A_T$$

**▼B**2.4.2. *Dosage de l'acide L-lactique et de l'acide D-lactique*

Le dosage de l'acide L-lactique et D-lactique peut être réalisé individuellement en appliquant le mode opératoire indiqué pour l'acide lactique total, mais en opérant ainsi après avoir déterminé  $A_1$ :

Ajouter 0,02 ml de solution 2.1.4, homogénéiser, attendre la fin de la réaction (environ 20 minutes) et mesurer les absorbances des solutions témoin et dosage ( $A_2$ ).

Ajouter 0,05 ml de solution 2.1.5, homogénéiser, attendre la fin de la réaction (environ 30 minutes) et mesurer les absorbances des solutions témoin et dosage ( $A_3$ ).

Déterminer les différences d'absorbances ( $A_2 - A_1$ ) pour l'acide L-lactique et ( $A_3 - A_1$ ) pour l'acide D-lactique dans le cas du témoin et dans le cas du dosage.

Déduire la différence d'absorbance du témoin de la différence d'absorbance du dosage

$$\Delta A = \Delta A_D - \Delta A_T$$

*Remarque:*

Le temps nécessaire à l'action des enzymes peut varier d'un lot à l'autre. Il n'est donné ci-dessus qu'à titre indicatif. Il est recommandé de le déterminer pour chaque lot. Lorsqu'on dose l'acide L-lactique seul, le temps d'incubation après addition de la L-lactate déshydrogénase peut être ramené à 10 minutes.

2.5. **Expression des résultats**

La concentration en acide lactique est donnée en grammes par litre (g/l) avec 1 décimale.

2.5.1. *Mode de calcul*

La concentration en grammes par litre est calculée par la formule générale:

$$C = \frac{V \cdot PM}{\epsilon \cdot d \cdot v \cdot 1000} \cdot \Delta A$$

$V$  = volume du test en millilitres ( $V = 2,24$  ml pour l'acide L-lactique,  $V = 2,29$  ml pour l'acide D-lactique et l'acide lactique total)

$v$  = volume de l'échantillon en millilitres (ici 0,2 ml)

$PM$  = masse moléculaire de la substance à doser (ici acide DL-lactique = 90,08)

$d$  = trajet optique de la cuve en centimètres (ici 1 cm)

$\epsilon$  = coefficient d'absorption du NADH à 340 nm

$$\epsilon = 6,3 \text{ (mmole}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}\text{)}$$

2.5.1.1. *Acide lactique total et acide D-lactique*

$$C = 0,164 \times \Delta A$$

Si une dilution a été effectuée lors de la préparation de l'échantillon, multiplier le résultat par le facteur de dilution.

*Remarque:*

Mesure à 334 nm:  $C = 0,167 \times \Delta A$  ( $\epsilon = 6,2 \text{ mmole}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}$ )

Mesure à 365 nm:  $C = 0,303 \times \Delta A$  ( $\epsilon = 3,4 \text{ mmole}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}$ )

2.5.1.2. *Acide L-lactique*

$$C = 0,160 \times \Delta A$$

Si une dilution a été effectuée lors de la préparation de l'échantillon, multiplier le résultat par le facteur de dilution.

*Remarque:*

Mesure à 334 nm:  $C = 0,163 \times \Delta A$  ( $\epsilon = 6,2 \text{ mmole}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}$ )

Mesure à 365 nm:  $C = 0,297 \times \Delta A$  ( $\epsilon = 3,4 \text{ mmole}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}$ )

**▼ B**2.5.2. *Répétabilité (r)*

$$r = 0,02 + 0,07 x_i \text{ g/l}$$

$x_i$  = concentration en acide lactique de l'échantillon en grammes par litre

2.5.3. *Reproductibilité (R)*

$$R = 0,05 + 0,125 x_i \text{ g/l}$$

$x_i$  = concentration en acide lactique de l'échantillon en grammes par litre

**▼ M8**  
\_\_\_\_\_

## ▼B

## 19. ACIDE L-MALIQUE

## 1. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

En présence de nicotinamide-adénine-dinucléotide (NAD) l'acide L-malique (L-malate) est oxydé en oxaloacétate dans une réaction catalysée par la L-malate-deshydrogénase (L-MDH).

L'équilibre de la réaction est en faveur du malate. L'élimination de l'oxaloacétate du milieu réactionnel déplace l'équilibre de la réaction dans le sens de la formation d'oxaloacétate. En présence de L-glutamate, l'oxaloacétate est transformé en L-aspartate, réaction catalysée par la glutamate-oxaloacétate-transaminase (GOT).



La formation de NADH, mesurée par l'augmentation de l'absorbance à la longueur d'onde de 340 nm, est proportionnelle à la quantité de L-malate présente.

## 2. RÉACTIFS

## 2.1. Tampon pH 10

(Glycylglycine 0,60 M, L-glutamate 0,1 M)

Dissoudre 4,75 g de glycylglycine et 0,88 g d'acide L-glutamique dans environ 50 ml d'eau bidistillée; ajuster le pH à 10 avec environ 4,6 ml de solution d'hydroxyde de sodium 10 M et porter à 60 ml avec de l'eau bidistillée.

La solution reste stable pendant au moins 12 semaines + 4 °C.

2.2. Solution de nicotinamide-adénine-dinucléotide (NAD), environ  $47 \times 10^{-3}$  M: dissoudre 420 mg de NAD dans 12 ml d'eau bidistillée. La solution reste stable pendant au moins 4 semaines à + 4 °C.

2.3. Suspension de glutamate-oxaloacétate-transaminase (GOT) à 2 mg/ml. La suspension est stable pendant au moins un an à + 4 °C.

2.4. Solution de L-malate-deshydrogénase (L-MDH) à 5 mg/ml. La solution est stable pendant au moins un an à + 4 °C.

*Remarque:*

L'ensemble des réactifs nécessaires pour le dosage est commercialisé.

## 3. APPAREILLAGE

3.1. Spectrophotomètre permettant d'effectuer les mesures à 340 nm, maximum d'absorption du NADH.

À défaut, photomètre à spectre discontinu permettant d'effectuer les mesures à 334 nm ou à 365 nm.

S'agissant de mesures absolues d'absorbance (pas de gamme d'étalonnage, mais référence au coefficient d'extinction du NADH), les échelles des longueurs d'onde et des absorbances de l'appareil doivent être contrôlées.

3.2. Cuves de verre de 1 cm de trajet optique ou cuves à usage unique.

3.3. Micropipettes permettant de prélever des volumes compris entre 0,01 et 2 ml.

## 4. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Le dosage du L-malate s'effectue généralement directement sur le vin sans décoloration préalable et sans dilution, à condition que la teneur en acide L-malique soit inférieure à 350 mg/l (mesures à 365 nm). Sinon, procéder à la dilution du vin avec de l'eau bidistillée de sorte que la concentration en L-malate se situe entre 30 et 350 mg/l (quantité de L-malate dans la prise d'essai comprise entre 3 et 35 µg).

Si la concentration en malate du vin est inférieure à 30 mg/l le volume de la prise d'essai peut être augmenté jusqu'à 1 ml. Dans ce cas le volume de l'eau à ajouter est réduit afin que les volumes totaux soient les mêmes dans les deux cuves.

**▼B**

## 5. MODE OPÉRATOIRE

Le spectrophotomètre étant réglé sur la longueur d'onde 340 nm, les mesures d'absorbance se font dans les cuves de 1 cm de trajet optique, l'absorbance zéro étant réglée par rapport à l'air (pas de cuve sur le trajet optique) ou par rapport à l'eau.

Dans les cuves de 1 cm de trajet optique introduire:

|                 | Témoin  | Dosage  |
|-----------------|---------|---------|
| Solution 2.1    | 1,00 ml | 1,00 ml |
| Solution 2.2    | 0,20 ml | 0,20 ml |
| Eau bidistillée | 1,00 ml | 0,90 ml |
| Suspension 2.3  | 0,01 ml | 0,01 ml |
| Échantillon     | -       | 0,10 ml |

Mélanger; après environ 3 minutes, mesurer les absorbances des solutions témoin et dosage ( $A_1$ ).

Ajouter:

|              |         |         |
|--------------|---------|---------|
| Solution 2.4 | 0,01 ml | 0,01 ml |
|--------------|---------|---------|

Mélanger; attendre la fin de la réaction (environ 5 à 10 minutes) et mesurer les absorbances des solutions témoin et dosage ( $A_2$ ).

Déterminer les différences d'absorbances ( $A_2 - A_1$ ) du témoin et du dosage.

Déduire la différence d'absorbances du témoin de la différence d'absorbances du dosage.

$$\Delta A = \Delta A_D - \Delta A_T$$

*Remarque:*

Le temps nécessaire à l'action des enzymes peut varier d'un lot à l'autre. Il n'est donné ci-dessus qu'à titre indicatif. Il est recommandé de le déterminer pour chaque lot.

## 6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

La concentration en acide L-malique est donnée en grammes par litre (g/l) avec 1 décimale.

## 6.1. Mode de calcul

La concentration en grammes par litre est calculée par la formule générale:

$$C = \frac{V \cdot PM}{\varepsilon \cdot d \cdot v \cdot 1000} \cdot \Delta A$$

V = volume du test en millilitres (ici 2,22 ml)

v = volume de l'échantillon en millilitres (ici 0,1 ml)

PM = masse moléculaire de la substance à doser (ici acide L-malique = 134,09)

d = trajet optique de la cuve en cm (ici 1 cm)

$\varepsilon$  = coefficient d'absorption du NADH, à 340 nm  $\varepsilon = 6,3 \text{ mmole}^{-1} \times \text{cm}^{-1}$

On obtient pour le L-malate:

$$C = 0,473 \times \Delta A \text{ g/l}$$

Si une dilution a été effectuée lors de la préparation de l'échantillon, multiplier le résultat par le facteur de dilution.

*Remarque:*

mesure à 334 nm  $C = 0,482 \times \Delta A$

mesure à 365 nm  $C = 0,876 \times \Delta A$

**▼B**6.2. **Répétabilité (r)**

$$r = 0,03 + 0,034 x_i$$

$x_i$  = concentration en acide malique de l'échantillon en grammes par litre

6.3. **Reproductibilité (R)**

$$R = 0,05 + 0,071 x_i$$

$x_i$  = concentration en acide malique de l'échantillon en grammes par litre



▼ **M7****20. ACIDE D-MALIQUE**

Dosage par méthode enzymatique

**1. PRINCIPE**

En présence de D-malate-deshydrogénase (D-MDH), l'acide D-malique (D-malate) est oxydé en oxalo-acétate par le nicotinamide-adénine-dinucléotide (NAD). L'oxalo-acétate formé est transformé en pyruvate et dioxyde de carbone.



La formation de NADH, mesurée par l'augmentation de l'absorbance à la longueur d'onde de 334, 340 ou 365 nm, est proportionnelle à la quantité de D-malate présente.

**2. RÉACTIFS**

Les réactifs permettant environ 30 déterminations sont présentés dans le commerce en coffret comprenant:

- a) Flacon 1 contenant environ 30 ml de solution de tampon Hepes [acide N-(2-hydroxyéthyl)pipérazine-N'-2-éthane sulfonique] pH = 9,0 et stabilisateurs;
- b) Flacon 2 contenant environ 210 mg de lyophilisat de NAD;
- c) Flacon 3 (au nombre de trois), contenant le lyophilisat de D-MDH, titrant environ 8 unités.

**Préparation des solutions**

1. Utiliser le contenu du flacon 1 sans dilution. Amener la solution à 20-25 °C avant l'emploi.
2. Dissoudre le contenu du flacon 2 dans 4 ml d'eau bidistillée.
3. Dissoudre le contenu d'un des flacons 3 dans 0,6 ml d'eau bidistillée. Amener la solution à 20-25 °C avant l'emploi.

**Stabilité des solutions**

Le contenu du flacon 1 se conserve au moins un an à + 4 °C; la solution 2 se conserve environ 3 semaines à + 4 °C et 2 mois à -20 °C; la solution 3 se conserve 5 jours à + 4 °C.

**3. APPAREILLAGE**

- 3.1. Spectrophotomètre permettant d'effectuer les mesures à 340 nm, maximum d'absorption du NADH. À défaut, photomètre à spectre discontinu permettant d'effectuer les mesures à 334 nm et 365 nm. S'agissant de mesures absolues d'absorbance (pas de gamme d'étalonnage, mais référence au coefficient d'extinction du NADH), les échelles des longueurs d'onde et des absorbances de l'appareil doivent être contrôlées.
- 3.2. Cuves de 1 cm de trajet optique en verre ou cuves à usage unique.
- 3.3. Micropipettes permettant de prélever des volumes compris entre 0,01 et 2 ml.

**4. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON**

Le dosage du D-malate s'effectue généralement directement sur le vin sans décoloration préalable.

La quantité de D-malate dans la cuve devant être comprise entre 2 µg et 50 µg, il convient de diluer le vin de telle manière que la concentration en malate soit comprise entre 0,02 et 0,5 g/l ou 0,02 et 0,3 g/l (selon l'appareillage utilisé).

▼ **M7**

Tableau de dilution:

| Quantité estimée de D-malate/litre |             | Dilution avec de l'eau | Facteur de dilution F |
|------------------------------------|-------------|------------------------|-----------------------|
| Mesure à:                          |             |                        |                       |
| 340 ou 334 nm                      | 365 nm      |                        |                       |
| < 0,3 g                            | < 0,5 g     | —                      | 1                     |
| 0,3 - 3,0 g                        | 0,5 - 5,0 g | 1 + 9                  | 10                    |

5. **MODE OPÉRATOIRE**

Le spectrophotomètre étant réglé sur la longueur d'onde 340 nm, les mesures d'absorbance se font dans les cuves de 1 cm de trajet optique, l'absorbance zéro étant réglée par rapport à l'air (pas de cuve sur le trajet optique) ou par rapport à l'eau.

Dans les cuves de 1 cm de trajet optique, introduire:

|                 | Témoin  | Essai   |
|-----------------|---------|---------|
| Solution 1      | 1,00 ml | 1,00 ml |
| Solution 2      | 0,10 ml | 0,10 ml |
| Eau bidistillée | 1,80 ml | 1,70 ml |
| Échantillon     | —       | 0,10 ml |

Mélanger. Après environ six minutes, mesurer les absorbances des solutions témoin et essai ( $A_1$ ).

Ajouter:

|            | Témoin  | Essai   |
|------------|---------|---------|
| Solution 3 | 0,05 ml | 0,05 ml |

Mélanger; attendre la fin de la réaction (environ 20 minutes) et mesurer les absorbances des solutions témoin et d'essai ( $A_2$ ).

Déterminer les différences d'absorbances ( $A_2 - A_1$ ) du témoin ( $\Delta A_T$ ) et de l'essai ( $\Delta A_E$ ). Déduire la différence d'absorbance du témoin de la différence d'absorbance de l'essai:  $\Delta A = \Delta A_E - \Delta A_T$ .

*Remarque:*

Le temps nécessaire à l'action des enzymes peut varier d'un lot à l'autre. Il n'est donné ci-dessus qu'à titre indicatif. Il est recommandé de le déterminer pour chaque lot.

L'acide D-malique réagit vite. Une activité supplémentaire de l'enzyme transforme aussi l'acide L-tartrique même si la vitesse est beaucoup moins rapide. C'est la raison pour laquelle il y a une faible réaction parasite qu'il est possible de corriger par extrapolation (voir appendice A).

6. **EXPRESSION DES RÉSULTATS**

La concentration en milligrammes par litre est calculée par la formule générale:

$$C = \frac{V \times PM}{\varepsilon \times d \times v} \times \Delta A$$

V = volume du test en ml (ici 2,95 ml)

v = volume de l'échantillon en ml (ici 0,1 ml)

PM = masse moléculaire de la substance à doser (ici acide D-malique = 134,09)

d = trajet optique de la cuve en cm (ici 1 cm)

**▼ M7**

$\epsilon$  = coefficient d'absorption du NADH:  
à 340 nm = 6,3 (1 mmol<sup>-1</sup> cm<sup>-1</sup>)  
à 365 nm = 3,4 (1 mmol<sup>-1</sup> cm<sup>-1</sup>)  
à 334 nm = 6,18 (1 mmol<sup>-1</sup> cm<sup>-1</sup>).

Si une dilution a été effectuée lors de la préparation de l'échantillon, multiplier le résultat par le facteur de dilution.

La concentration en acide D-malique est donnée en milligrammes par litre (mg/l) sans décimale.

**7. FIDÉLITÉ**

Les détails de l'essai interlaboratoire portant sur la fidélité de la méthode sont résumés dans l'appendice B. Les valeurs dérivées de l'essai interlaboratoire peuvent ne pas être applicables aux gammes de concentration en analyte et aux matrices autres que celles données en appendice B.

**7.1. Répétabilité**

La différence absolue entre deux résultats individuels obtenus sur une matière identique soumise à essai, par un opérateur utilisant le même appareillage, dans l'intervalle de temps le plus court, ne dépassera pas la valeur de répétabilité  $r$  dans plus de 5 % des cas.

La valeur est:  $r = 11$  mg/l.

**7.2. Reproductibilité**

La différence absolue entre deux résultats individuels obtenus sur une matière identique soumise à essai dans deux laboratoires ne dépassera pas la valeur de reproductibilité  $R$  dans plus de 5 % des cas.

La valeur est:  $R = 20$  mg/l.

**▼ M10****8. DOSAGE DE L'ACIDE D-MALIQUÉ [D(+)-MALIQUÉ], DANS LES VINS POUR DES FAIBLES TENEURS****8.1. Domaine d'application**

La méthode décrite est appliquée au dosage, par voie enzymatique, de l'acide D-malique des vins avec des teneurs inférieures à 50 mg/l.

**8.2. Principe**

Le principe de la méthode est décrit au point 1. La formation de NADH, mesurée par l'augmentation de l'absorbance à la longueur d'onde de 340 nm, est proportionnelle à la quantité de D-malate présente, après l'introduction dans la cuve de mesure d'une quantité d'acide D-malique équivalente à 50 mg/l.

**8.3. Réactifs**

Solution d'acide D-malique à 0,199 g/l, en supplément des réactifs indiqués au point 2.

**8.4. Appareillage**

L'appareillage est indiqué au point 3.

**8.5. Préparation de l'échantillon**

La préparation de l'échantillon est indiquée au point 4.

**8.6. Mode opératoire**

Le mode opératoire est indiqué au point 5, mais avec l'introduction dans la cuve de mesure d'une quantité d'acide D-malique équivalente à 50 mg/l (introduction de 0,025 ml d'une solution d'acide D-malique à 0,199 g/l, en substitution du volume équivalent de l'eau); les valeurs obtenues sont diminuées de 50 mg/l.

▼ **M10**8.7. **Validation interne**

Le tableau suivant résume le dossier de validation interne de la méthode de dosage de l'acide D-malique après adjonction préalable de 50 mg/l de cet isomère.

|                              |  |
|------------------------------|--|
| Gamme de travail             | 0 mg à 70 mg d'acide D-malique par litre<br>Dans ces limites, la méthode est linéaire, avec un coefficient de corrélation entre 0,990 et 0,994     |
| Limite de quantification     | 24,4 mg/l  |
| Limite de détection          | 8,3 mg/l   |
| Sensibilité                  | 0,0015 abs/mg/l  |
| Taux de récupération         | 87,5 à 115,0 % pour les vins blancs et 75 à 105 % pour les vins rouges   |
| Répétabilité                 | = 12,4 mg/l pour les vins blancs (selon la méthode OIV,<br>= 12,5 mg/l)<br>= 12,6 mg/l pour les vins rouges (selon la méthode OIV,<br>= 12,7 mg/l) |
| Coefficient de variation     | 4,2 % à 7,6 % (vins blancs et vins rouges)   |
| Variabilité intralaboratoire | CV = 7,4 % (s = 4,4 mg/l; moyenne = 59,3 mg/l)   |

## ▼M7

## APPENDICE A

## Comment traiter les réactions parasites

Les réactions parasites sont généralement dues à des réactions secondaires de l'enzyme, à la présence d'autres enzymes dans la matrice de l'échantillon, ou à l'interaction d'un ou plusieurs éléments de la matrice avec un cofacteur de la réaction enzymatique.

Dans la réaction normale, l'absorbance atteint une valeur constante au bout d'un certain temps, généralement entre 10 et 20 minutes, selon la vitesse de la réaction enzymatique spécifique. Cependant, lorsqu'il se produit des réactions secondaires, l'absorbance n'atteint pas une valeur constante, mais augmente régulièrement dans le temps; ce type de processus est couramment appelé «réaction parasite».

Lorsque ce problème se pose, il convient de mesurer l'absorbance de la solution à intervalles réguliers (2 à 5 minutes), après le temps requis pour que la solution étalon atteigne son absorbance finale. Lorsque l'absorbance augmente régulièrement, procéder à 5 ou 6 mesures, puis faire une extrapolation graphique ou par calcul, pour obtenir l'absorbance qui aurait été celle de la solution au moment où l'enzyme final a été ajouté ( $T_0$ ). La différence d'absorbance extrapolée à ce moment ( $A_f - A_i$ ) est utilisée dans le calcul de la concentration du substrat.

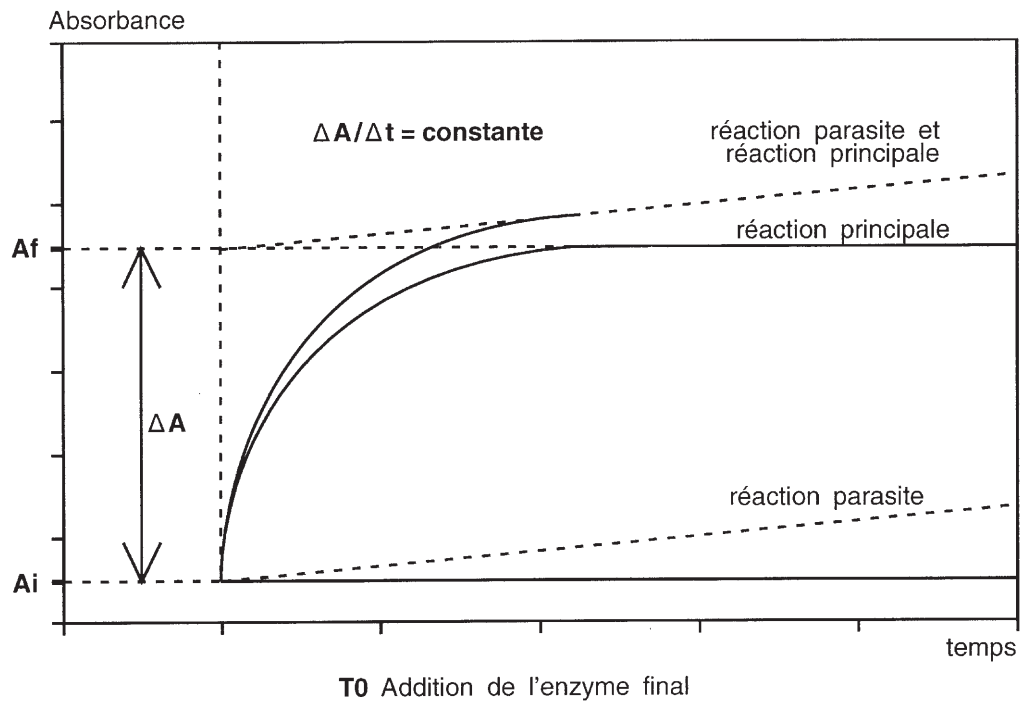


Figure 1: réaction parasite

▼ **M7***APPENDICE B*

Résultats statistiques de l'essai interlaboratoire:

Année de l'essai interlaboratoire:: 1995

Nombre de laboratoires:: 8

Nombre d'échantillons:: 5 avec addition d'acide D-malique

| Échantillon  | A     | B    | C    | D     | E     |
|--|-------|------|------|-------|-------|
| Nombre de laboratoires retenus après élimination des laboratoires présentant des résultats aberrants | 7     | 8    | 7    | 8     | 7     |
| Nombre de laboratoires ayant des résultats aberrants   | 1     | —    | 1    | —     | 1     |
| Nombre de résultats acceptés   | 35    | 41   | 35   | 41    | 36    |
| Valeur moyenne ( $\bar{x}$ ) (mg/l)  | 161,7 | 65,9 | 33,1 | 106,9 | 111,0 |
| Écart-type de répétabilité ( $s_r$ ) (mg/l)  | 4,53  | 4,24 | 1,93 | 4,36  | 4,47  |
| Écart-type relatif à la répétabilité (RSD <sub>r</sub> ) (%)   | 2,8   | 6,4  | 5,8  | 4,1   | 4,00  |
| Limite de répétabilité (r) (mg/l)  | 12,7  | 11,9 | 5,4  | 12,2  | 12,5  |
| Écart-type de reproductibilité ( $s_R$ ) (mg/l)  | 9,26  | 7,24 | 5,89 | 6,36  | 6,08  |
| Écart-type relatif à la reproductibilité (RSD <sub>R</sub> ) (%)                                     | 5,7   | 11   | 17,8 | 5,9   | 5,5   |
| Limite de reproductibilité (R) (mg/l)  | 25,9  | 20,3 | 16,5 | 17,8  | 17,0  |

Types d'échantillons:

A: vin rouge; B: vin rouge; C: vin blanc; D: vin blanc; E: vin blanc.



## 21. ACIDE MALIQUE TOTAL

### MÉTHODE USUELLE

#### 1. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

L'acide malique isolé à l'aide d'une colonne de résine échangeuse d'anions est dosé colorimétriquement dans l'éluat grâce à la coloration jaune qu'il donne sous l'action de l'acide sulfurique à 96 pour 100 et de l'acide chromotrope. Les substances contenues dans l'éluat interfèrent dans cette réaction. Mais ces substances réagissent, contrairement à l'acide malique, avec l'acide sulfurique à 86 pour 100 et l'acide chromotrope. Pour éliminer cette interférence, il suffit donc de soustraire de l'absorbance obtenue après réaction avec l'acide chromotrope et l'acide sulfurique à 96 pour 100, l'absorbance obtenue après réaction avec l'acide chromotrope et l'acide sulfurique à 86 pour 100.

#### 2. APPAREILLAGE

- 2.1. Colonne de verre de 250 mm environ de longueur et de 35 mm de diamètre intérieur, munie d'un robinet.
- 2.2. Colonne de verre de 300 mm environ de longueur et de 10-11 mm de diamètre intérieur, munie d'un robinet.
- 2.3. Bain d'eau à 100 °C.
- 2.4. Spectrophotomètre permettant les mesures d'absorbance à la longueur d'onde de 420 nm avec cuves de 10 mm de trajet optique.

#### 3. RÉACTIFS

- 3.1. Échangeur d'anions de forte basicité (par exemple Merck III).
- 3.2. Hydroxyde de sodium à 5 pour 100 (m/v).
- 3.3. Acide acétique à 30 pour 100 (m/v).
- 3.4. Acide acétique à 0,5 pour 100 (m/v).
- 3.5. Solution de sulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) à 10 pour 100 (m/v).
- 3.6. Acide sulfurique concentré à 95-97 % (m/m).
- 3.7. Acide sulfurique à 86 pour 100 (m/m).
- 3.8. Solution d'acide chromotrope à 5 pour 100 (m/v).

À préparer extemporanément avant chaque dosage en dissolvant 500 mg de chromotrope de sodium ( $\text{C}_{10}\text{H}_6\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ) dans 10 ml d'eau distillée.

- 3.9. Solution d'acide DL-malique à 0,5 g/l.

Dissoudre 250 mg/l d'acide malique ( $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_5$ ) dans une quantité suffisante de solution de sulfate de sodium à 10 pour 100 (3.5) pour avoir 500 ml.

#### 4. MODE OPÉRATOIRE

##### 4.1. Préparation de l'échangeur d'ions

Placer dans la colonne de verre 35 × 250 mm au-dessus du robinet un tampon de coton de verre imprégné d'eau distillée. Verser dans la colonne de l'échangeur d'ions mis en suspension dans l'eau de manière à avoir un espace libre d'environ 50 mm au-dessus de la surface de l'échangeur d'ions. Après rinçage avec 1 000 ml d'eau distillée, remplir la colonne avec la solution d'hydroxyde de sodium à 5 pour 100, laisser écouler le liquide jusqu'à environ 2-3 mm au-dessus de la surface de l'échangeur d'ions, répéter encore 2 fois cette opération et laisser en contact durant 1 heure. Laver la colonne avec 1 000 ml d'eau distillée. Ensuite remplir la colonne avec la solution d'acide acétique à 30 pour 100, laisser écouler le liquide jusqu'à environ 2-3 mm au-dessus de la surface de l'échangeur d'ions, répéter cette opération 2 fois et laisser en contact durant au moins 24 heures avant l'emploi. Conserver ensuite l'échangeur d'ions dans l'acide acétique à 30 pour 100 pour les dosages ultérieurs.

**▼B****4.2. Préparation de la colonne d'échangeur d'ions**

Placer dans la colonne de verre 11 × 300 mm au-dessus du robinet un tampon de coton de verre. Verser dans la colonne l'échangeur d'ions, préparé comme décrit en 4.1, sur une hauteur de 10 cm. Le robinet étant ouvert, laisser la solution d'acide acétique à 30 pour 100 s'écouler jusqu'à environ 2-3 mm au-dessus de la surface de l'échangeur. Laver l'échangeur avec 50 ml de la solution d'acide acétique à 0,5 pour 100.

**4.3. Isolement de l'acide DL-malique**

Verser sur l'échangeur préparé comme décrit en 4.2 10 ml de vin ou de moût. Laisser écouler le vin goutte à goutte (débit moyen: une goutte par seconde) jusqu'à environ 2-3 mm au-dessus de la surface de l'échangeur d'ions. Laver la colonne d'abord avec environ 50 ml de la solution d'acide acétique à 0,5 pour 100 et puis avec environ 50 ml d'eau distillée; laisser écouler ces liquides avec la même vitesse que le vin.

Éluer les acides fixés sur l'échangeur d'ions à l'aide de la solution de sulfate de sodium à 10 pour 100 avec la même vitesse que les opérations précédentes (1 goutte par seconde), recueillir l'éluat dans une fiole jaugée de 100 ml jusqu'à ajustage au trait de jauge.

On peut régénérer l'échangeur comme décrit en 4.1.

**4.4. Dosage de l'acide malique**

Prendre deux tubes à large ouverture de 30 ml, bouchés à l'émeri, «A» et «B». Introduire dans chaque tube 1,0 ml d'éluat et 1,0 ml de la solution d'acide chromotropique à 5 pour 100. Ajouter dans le tube «A» 10,0 ml d'acide sulfurique à 86 pour 100 (témoin) et dans le tube «B» 10,0 ml d'acide sulfurique à 96 pour 100 (mesure). Boucher et agiter pour obtenir une homogénéité parfaite sans mouiller le rodage. Plonger les tubes pendant 10 minutes exactement dans un bain d'eau porté préalablement à une vive ébullition. Refroidir les tubes à 20 °C à l'obscurité. Exactement 90 minutes après le début du refroidissement, mesurer l'absorbance du tube «B» par rapport au témoin (tube «A») à la longueur d'onde 420 nm dans les cuves de 10 mm de trajet optique.

**4.5. Établissement de la courbe d'étalonnage**

Prélever 5 - 10 - 15 et 20 ml de la solution d'acide malique à 0,5 g/l et les introduire dans des fioles jaugées de 50 ml; porter au trait de jauge avec la solution de sulfate de sodium à 10 pour 100.

Les solutions ainsi obtenues correspondent à des éluats obtenus à partir de vins contenant 0,5 - 1,0 - 1,5 et 2,0 g d'acide DL-malique par litre.

Continuer comme il est indiqué en 4.4.

Les valeurs de l'absorbance obtenues avec ces solutions-étalons reportées en fonction des teneurs en acide malique correspondantes s'alignent sur une droite passant par l'origine.

Étant donné que l'intensité de la coloration dépend beaucoup de la concentration de l'acide sulfurique, il est nécessaire de vérifier la courbe d'étalonnage pour au moins 1 point lors de chaque série de mesures pour mettre en évidence un changement éventuel dans la concentration de l'acide sulfurique.

**5. EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Reporter l'absorbance mesurée pour l'éluat sur la courbe d'étalonnage pour obtenir la teneur en acide DL-malique en grammes par litre. Cette teneur est exprimée avec 1 décimale.

**Répétabilité (r)**

teneur < 2 g/l: r = 0,1 g/l

teneur > 2 g/l: r = 0,2 g/l.

**Reproductibilité (R)**

R = 0,3 g/l.



▼B

## 22. ACIDE SORBIQUE

1. PRINCIPE DES MÉTHODES
  - 1.1. **Méthode de dosage par spectrophotométrie d'absorption dans l'ultra-violet**

L'acide sorbique (acide hexadiène — 2,4 oïque trans, trans) extrait par entraînement à la vapeur d'eau est dosé dans le distillat du vin par spectrophotométrie d'absorption dans l'ultra-violet. Les substances interférant sur la mesure d'absorption dans l'ultra-violet sont éliminées par évaporation à sec de la prise d'essai du distillat légèrement alcalinisée par une solution d'hydroxyde de calcium. Les teneurs inférieures à 20 mg/l doivent être confirmées par la caractérisation par chromatographie en couche mince (sensibilité: 1 mg/l).
  - 1.2. **Méthode de dosage par chromatographie gazeuse**

L'acide sorbique extrait dans l'éther éthylique est dosé par chromatographie en phase gazeuse en présence d'un étalon interne.
  - 1.3. **Méthode de recherche de traces par chromatographie sur couche mince**

L'acide sorbique extrait dans l'éther éthylique est séparé par chromatographie sur couche mince et sa concentration est évaluée semi-quantitativement.
2. MÉTHODE DE DOSAGE PAR SPECTROPHOTOMÉTRIE D'ABSORPTION DANS L'ULTRA-VIOLET
  - 2.1. **Réactifs**
    - 2.1.1. Acide tartrique,  $C_4H_6O_6$  cristallisé.
    - 2.1.2. Solution d'hydroxyde de calcium,  $Ca(OH)_2$  environ 0,02 M.
    - 2.1.3. Solution de référence d'acide sorbique à 20 mg par litre.
 

Dissoudre 20 mg d'acide sorbique,  $C_6H_8O_2$  dans 2 ml environ de solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium. Verser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajuster au trait repère avec de l'eau. On peut également dissoudre 26,8 mg de sorbate de potassium,  $C_6H_7KO_2$  dans l'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.
  - 2.2. **Appareillage**
    - 2.2.1. Appareil d'entraînement par la vapeur d'eau (voir «Acidité volatile»).
    - 2.2.2. Bain d'eau à 100 °C.
    - 2.2.3. Spectrophotomètre permettant des mesures à la longueur d'onde de 256 nm avec cuves en quartz de 1 cm de trajet optique.
  - 2.3. **Mode opératoire**
    - 2.3.1. *Distillation*

Placer dans le barboteur de l'appareil d'entraînement par la vapeur d'eau 10 ml de vin, ajouter 1 à 2 g d'acide tartrique (2.1.1). Recueillir 250 ml de distillat.
    - 2.3.2. *Courbe d'étalonnage*

Préparer par dilutions avec l'eau à partir de la solution de référence (2.1.3) quatre solutions de référence diluées titrant respectivement 0,5 - 1 - 2,5 et 5 mg d'acide sorbique par litre; mesurer à l'aide du spectrophotomètre leurs absorbances respectives à 256 nm par rapport à l'eau distillée. Tracer la courbe des variations de l'absorbance en fonction des concentrations des solutions. La variation est linéaire.
    - 2.3.3. *Dosage*

Dans une capsule de 55 mm de diamètre placer 5 ml de distillat, ajouter 1 ml de solution d'hydroxyde de calcium (2.1.2). Évaporer à sec sur bain d'eau bouillante.

Reprendre le résidu par quelques millilitres d'eau distillée, entraîner quantitativement dans une fiole jaugée de 20 ml et ajuster au trait repère avec les eaux de rinçage. Mesurer l'absorbance à 256 nm à

**▼B**

l'aide du spectrophotomètre comparativement à une solution témoin obtenue par dilution à 20 ml avec de l'eau de 1 ml de solution d'hydroxyde de calcium (2.1.2).

Porter la valeur de l'absorbance mesurée sur la droite d'étalonnage, en déduire la concentration C de la solution en acide sorbique.

*Remarque:*

Dans la pratique courante, cette évaporation à sec peut être négligée. Opérer directement la mesure d'absorbance sur le distillat dilué au 1/4 par rapport à l'eau distillée.

## 2.4. Expression des résultats

### 2.4.1. Mode de calcul

La concentration en acide sorbique du vin exprimée en milligrammes par litre est égale à:

$$100 \times C$$

C = concentration en acide sorbique de la solution analysée par spectrophotométrie, exprimée en milligrammes par litre.

## 3. MÉTHODE DE DOSAGE PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

### 3.1. Réactifs

- 3.1.1. Éther éthylique, (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>O distillé au moment de l'utilisation.
- 3.1.2. Solution de l'étalon interne: solution d'acide undécanoïque, C<sub>11</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub> dans l'éthanol à 95 pour 100 (vol.) titrant 1 g par litre.
- 3.1.3. Solution aqueuse d'acide sulfurique, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (ρ<sub>20</sub> = 1,84 g/ml) dilué 1/3 (v/v).

### 3.2. Appareillage

- 3.2.1. Chromatographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur à ionisation de flamme et d'une colonne en acier inoxydable (4 m × 1/8 de pouce) préalablement traitée par le diméthylchlorosilane et garnie de phase stationnaire, constituée par un mélange de diéthylèneglycol succinate (5 %) et d'acide phosphorique (1 %) (DEGS- H<sub>3</sub> PO<sub>4</sub>) ou par un mélange de diéthylèneglycol adipate (7 %) et d'acide phosphorique (1 %) (DEGA — H<sub>3</sub> PO<sub>4</sub>) fixé sur Gaschrom Q 80 — 100 mesh.

Pour le traitement au diméthylchlorosilane (DMDCS), faire passer dans la colonne une solution titrant 2 à 3 g de DMDCS dans le toluène. Laver immédiatement la colonne avec du méthanol; faire passer un courant d'azote, puis de l'hexane et à nouveau un courant d'azote. La remplir ensuite.

Conditions opératoires:

Température du four: 175 °C.

Température de l'injecteur et du détecteur: 230 °C.

Gaz vecteur: azote (débit 20 ml/min.).

- 3.2.2. Microseringue de 10 microlitres de capacité graduée par 0,1 microlitre.

*Remarque:*

D'autres types de colonnes peuvent également permettre une bonne séparation, notamment la colonne capillaire (par exemple, FFAP).

Le mode opératoire décrit ci-dessous est donné à titre d'exemple.

### 3.3. Mode opératoire

#### 3.3.1. Préparation de l'échantillon à analyser

Dans un tube de verre de 40 ml environ de capacité et muni d'un bouchon rodé introduire 20 ml de vin, ajouter 2 ml de solution de l'étalon interne (3.1.2) et 1 ml de solution diluée d'acide sulfurique (3.1.3).

Après agitation par retournements successifs, ajouter au contenu du tube 10 ml d'éther éthylique (3.1.1). Extraire l'acide sorbique dans la

**▼B**

phase organique par agitation du tube durant 5 minutes. Laisser décanter.

3.3.2. *Préparation de la solution de référence*

Sélectionner un vin dont le chromatogramme de l'extrait à l'éther ne présente aucun pic au niveau de l'élution de l'acide sorbique; surcharger ce vin en acide sorbique à la concentration de 100 mg par litre. Traiter 20 ml de l'échantillon ainsi préparé selon le mode opératoire décrit en 3.3.1.

3.3.3. *Chromatographie*

Injecter successivement dans le chromatographe à l'aide d'une microseringue 2 µl de la phase étherée obtenue en 3.3.2 et 2 µl de la phase étherée obtenue en 3.3.1.

Enregistrer les chromatogrammes respectifs; vérifier l'identité des temps de rétention respectifs de l'acide sorbique et de l'étalon interne. Mesurer la hauteur (ou la surface) de chacun des pics enregistrés.

3.4. **Expression des résultats**3.4.1. *Mode de calcul*

La concentration en acide sorbique du vin analysé, exprimée en milligrammes par litre, est égale à:

$$100 \cdot \frac{h}{H} \cdot \frac{l}{i}$$

H = hauteur du pic de l'acide sorbique dans la solution de référence

h = hauteur du pic de l'acide sorbique dans l'échantillon à analyser

l = hauteur du pic de l'étalon interne dans la solution de référence

i = hauteur du pic de l'étalon interne dans l'échantillon à analyser

*Note:*

La concentration en acide sorbique peut être déterminée de la même manière à partir des mesures de la surface des pics respectifs.

## 4. MÉTHODE DE RECHERCHE DE TRACES D'ACIDE SORBIQUE PAR CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE

4.1. **Réactifs**

4.1.1. Éther éthylique, (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>O.

4.1.2. Solution aqueuse d'acide sulfurique, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (ρ<sub>20</sub> = 1,84 g/ml) dilué 1/3 (v/v).

4.1.3. Solution de référence d'acide sorbique dans un mélange hydroéthanolique à 10 % d'éthanol (vol.) environ titrant 20 mg par litre.

4.1.4. Phase mobile: hexane — pentane — acide acétique (20:20:3)

(C<sub>6</sub>H<sub>14</sub> — C<sub>5</sub>H<sub>12</sub> — CH<sub>3</sub>COOH, ρ<sub>20</sub> = 1,05 g/ml).

4.2. **Appareillage**

4.2.1. Plaques pour chromatographie sur couche mince prêtes à l'emploi, 20 × 20 cm recouvertes de gel de polyamide (épaisseur: 0,15 mm) additionné d'un indicateur de fluorescence.

4.2.2. Cuve pour chromatographie sur couche mince.

4.2.3. Micropipette ou microseringue permettant de délivrer des volumes de 5 microlitres à ± 0,1 microlitre près.

4.2.4. Lampe à rayonnement ultra-violet (254 nm).

4.3. **Mode opératoire**4.3.1. *Préparation de l'échantillon à analyser*

Dans un tube en verre de 25 ml environ de capacité et muni d'un bouchon rodé, placer 10 ml de vin, ajouter 1 ml de solution d'acide sulfurique dilué (4.1.2) et 5 ml d'éther éthylique (4.1.1). Agiter par retournements successifs. Laisser décanter.

**▼B**4.3.2. *Préparation des solutions diluées de référence*

Par dilution à partir de la solution 4.1.3 préparer cinq solutions diluées de référence titrant respectivement 2 - 4 - 6 - 8 et 10 mg d'acide sorbique par litre.

4.3.3. *Chromatographie*

À 2 cm du bord inférieur de la plaque, déposer à l'aide d'une microseringue ou d'une micropipette 5 µl de phase étherée obtenue en 4.3.1 et 5 µl de chacune des solutions diluées de référence (4.3.2), les dépôts étant distants de 2 cm.

Placer la phase mobile (4.1.4) dans la cuve pour chromatographie sur une hauteur de 0,5 cm environ et laisser l'atmosphère de la cuve se saturer des vapeurs des solvants. Placer la plaque dans la cuve. Laisser développer le chromatogramme sur 12 à 15 cm (la durée de développement est de 30 minutes environ). Sécher la plaque sous un courant d'air froid. Examiner le chromatogramme sous une lampe à rayonnement ultra-violet à 254 nm.

Les taches relatives à l'acide sorbique apparaissent en violet sombre sur le fond jaune fluorescent de la plaque.

4.4. **Expression des résultats**

La comparaison de l'intensité du spot de l'échantillon à analyser et des spots des solutions de référence permet d'évaluer semi-quantitativement la concentration en acide sorbique entre 2 et 10 mg par litre. Une concentration égale à 1 mg par litre pourra être déterminée avec un dépôt de 10 µl de solution de l'échantillon à analyser.

Des concentrations supérieures à 10 mg par litre pourront être déterminées avec un volume de dépôt de la solution à analyser inférieur à 5 µl (mesuré à l'aide d'une microseringue).

## ▼B

## 23. ACIDE L-ASCORBIQUE

## 1. PRINCIPE DES MÉTHODES

Les méthodes proposées permettent de doser l'acide L-ascorbique et l'acide déhydroascorbique présents dans les vins ou les moûts.

## 1.1. Méthode de référence (fluorimétrique)

L'acide L-ascorbique est oxydé par action du charbon actif en acide déhydroascorbique. Ceci forme un composé fluorescent par réaction avec l'orthophénylènediamine (O.P.D.A.). Un essai témoin en présence d'acide borique permet de déterminer la fluorescence parasite (par formation d'un complexe acide borique — acide déhydroascorbique) et de la déduire du dosage fluorimétrique.

## 1.2. Méthode usuelle (colorimétrique)

L'acide L-ascorbique est oxydé par l'iode en acide déhydroascorbique. Ce composé est précipité par la 2,4 dinitrophénylhydrazine en *bis* (2,4 — dinitrophénylhydrazone). Après séparation par chromatographie sur couche mince et solubilisation en milieu acétique, ce composé coloré en rouge est dosé par spectrophotométrie à 500 nm.

## 2. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE (MÉTHODE FLUORIMÉTRIQUE)

## 2.1. Réactifs

2.1.1. Solution de dihydrochlorure d'ortho-phénylènediamine ( $C_6H_{10}Cl_2N_2$ ), à 0,02 g pour 100 ml, préparée extemporanément.

2.1.2. Solution d'acétate de sodium trihydraté ( $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ ), à 500 g/l.

2.1.3. Solution mixte d'acide borique et d'acétate de sodium

Dissoudre 3 g d'acide borique ( $H_3BO_3$ ), dans 100 ml de solution d'acétate de sodium (2.1.2). Cette solution doit être préparée extemporanément.

2.1.4. Solution d'acide acétique cristallisable  $CH_3COOH$ , ( $\rho_{20} = 1,05$  g/ml) dilué à 56 pour 100 (v/v) de pH voisin de 1,2.

2.1.5. Solution de référence d'acide L-ascorbique à 1 g par litre

Dissoudre au moment de l'emploi 50 mg d'acide L-ascorbique ( $C_6H_8O_6$ ), préalablement déshydraté dans un dessiccateur à l'abri de la lumière, dans 50 ml de solution d'acide acétique (2.1.4).

2.1.6. Charbon actif très pur pour analyses <sup>(1)</sup>

Placer dans une fiole conique de 2 l de capacité 100 g de charbon actif, ajouter 500 ml d'une solution d'acide chlorhydrique (HCl), ( $\rho_{20} = 1,19$  g/ml) à 10 pour 100 (v/v). Porter à l'ébullition, filtrer sur filtre en verre fritté de porosité 3. Recueillir le charbon ainsi traité dans une fiole conique de 2 l de capacité, ajouter 1 l d'eau, agiter et filtrer sur filtre de verre fritté de porosité 3. Répéter deux fois cette opération. Placer le résidu dans une étuve réglée à  $115 \pm 5$  °C pendant 12 heures (une nuit par exemple).

## 2.2. Appareillage

2.2.1. Fluorimètre. Utiliser un spectrofluorimètre équipé d'une lampe à spectre continu en se plaçant à la puissance minimale de la lampe. Les longueurs d'onde d'excitation et d'émission optimales pour l'essai seront déterminées préalablement et dépendent de l'appareil utilisé. À titre indicatif la longueur d'onde d'excitation se situe au voisinage de 350 nm, la longueur d'onde d'émission au voisinage de 430 nm.

Cuves de 1 cm de trajet optique.

2.2.2. Filtre en verre fritté de porosité 3.

2.2.3. Tubes à essai (diamètre  $\approx 10$  mm).

2.2.4. Agitateur pour tubes à essai.

<sup>(1)</sup> Une des appellations commerciales est «norite».

▼ **B**2.3. **Mode opératoire**2.3.1. *Préparation de l'échantillon de vin ou de moût*

Prélever un volume de vin ou de moût et le diluer à 100 ml dans une fiole jaugée avec la solution d'acide acétique à 56 % (2.1.4) afin d'obtenir une solution dont la concentration en acide L-ascorbique soit comprise entre 0 et 60 mg/litre. Homogénéiser le contenu de la fiole jaugée par agitation. Ajouter 2 g de charbon actif (2.1.6) et laisser en contact durant 15 minutes en agitant de temps en temps. Filtrer sur papier filtre ordinaire en éliminant les premiers millilitres de filtrat.

Dans deux fioles jaugées de 100 ml introduire 5 ml de filtrat et, respectivement, 5 ml de solution mixte d'acide borique et d'acétate de sodium (2.1.3) (témoin) et 5 ml de solution d'acétate de sodium (2.1.2) (solution mesure). Laisser en contact durant 15 minutes en agitant de temps en temps, compléter à 100 ml avec de l'eau distillée.

Prélever 2 ml du contenu de chacune des fioles, ajouter 5 ml de solution d'ortho-phénylènediamine (2.1.1), agiter; laisser la réaction se développer durant 30 minutes à l'obscurité, puis effectuer la mesure au spectrofluorimètre.

2.3.2. *Courbe d'étalonnage*

Dans trois fioles jaugées de 100 ml placer respectivement 2, 4, 6 ml de solution de référence d'acide L-ascorbique (2.1.5), compléter à 100 ml avec la solution d'acide acétique (2.1.4), homogénéiser par agitation. Les solutions de référence préparées contiennent respectivement 2 - 4 - 6 mg/100 ml.

Ajouter 2 g de charbon actif (2.1.6) dans chacune des fioles et laisser en contact durant 15 minutes en agitant de temps en temps. Filtrer sur papier filtre ordinaire en éliminant les premiers millilitres. Introduire respectivement 5 ml de chacun des filtrats recueillis dans trois fioles jaugées de 100 ml (première série), répéter l'opération dans une deuxième série de trois fioles jaugées. Ajouter dans chacune des fioles de la première série (correspondant à l'essai témoin) 5 ml de solution mixte d'acide borique et d'acétate de sodium (2.1.3) et dans chacune des fioles de la deuxième série 5 ml de solution d'acétate de sodium (2.1.2).

Laisser en contact durant 15 minutes en agitant de temps en temps, compléter à 100 ml avec de l'eau distillée. Prélever 2 ml du contenu de chacune des fioles, ajouter 5 ml de solution d'orthophénylènediamine (2.1.1), agiter, laisser la réaction se développer durant 30 minutes à l'obscurité, puis effectuer la mesure au spectrofluorimètre.

2.3.3. *Détermination fluorimétrique*

Régler pour chaque solution de la courbe d'étalonnage et pour la solution du dosage le zéro de l'échelle des mesures sur l'essai témoin correspondant. Effectuer ensuite la mesure de l'intensité de la fluorescence pour chaque solution de la gamme d'étalonnage et pour le dosage.

Tracer la courbe d'étalonnage; elle doit être linéaire et passer par l'origine. Reporter sur cette droite la valeur relative au dosage et déduire la teneur C en acide L-ascorbique + acide déhydroascorbique de la solution analysée.

2.3.4. *Expression des résultats*

La concentration du vin en acide L-ascorbique + acide déhydroascorbique exprimée en milligrammes par litre sera:

$$C \cdot F$$

F = facteur de dilution

▼ **M8**

## ▼B

## 24. pH

## 1. PRINCIPE

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

## 2. APPAREILS

2.1. pH mètre étalonné en unités pH permettant des mesures à 0,05 unité près au moins.

2.2. Électrodes:

2.2.1. Électrode de verre, à conserver dans l'eau distillée.

2.2.2. Électrode de référence au calomel-chlorure de potassium saturé, à conserver dans une solution saturée de chlorure de potassium.

2.2.3. Ou électrode combinée à conserver dans l'eau distillée.

## 3. RÉACTIFS

3.1. Solutions tampons:

3.1.1. Solution saturée de tartrate acide de potassium. Solution contenant au moins 5,7 g/l de tartrate acide de potassium ( $C_4H_5K_2O_6$ ), à 20 °C. Cette solution peut se conserver 2 mois en présence de 0,1 g de thymol pour 200 ml).

$$\text{pH} \begin{cases} 3,57 \text{ à } 20 \text{ °C} \\ 3,56 \text{ à } 25 \text{ °C} \\ 3,55 \text{ à } 30 \text{ °C} \end{cases}$$

3.1.2. Solution 0,05 M de phtalate acide de potassium. Solution contenant 10,211 g/l de phtalate acide de potassium ( $C_8H_5KO_4$ ), à 20 °C. (Durée maximale de conservation: 2 mois).

$$\text{pH} \begin{cases} 3,999 \text{ à } 15 \text{ °C} \\ 4,003 \text{ à } 20 \text{ °C} \\ 4,008 \text{ à } 25 \text{ °C} \\ 4,015 \text{ à } 30 \text{ °C} \end{cases}$$

3.1.3. Solution contenant:

|  |         |
|--|---------|
| Phosphate monopotassique, $KH_2PO_4$ ..... | 3,402 g |
| Phosphate dipotassique, $K_2HPO_4$ .....   | 4,354 g |
| Eau q.s.p. ....                            | 1 l     |

(Durée maximale de conservation: 2 mois)

$$\text{pH} \begin{cases} 6,90 \text{ à } 15 \text{ °C} \\ 6,88 \text{ à } 20 \text{ °C} \\ 6,86 \text{ à } 25 \text{ °C} \\ 6,85 \text{ à } 30 \text{ °C} \end{cases}$$

*Remarque:*

Les solutions tampons de référence du commerce peuvent également être utilisées.

**▼B**

## 4. MODE OPÉRATOIRE

## 4.1. Préparation de l'échantillon à analyser

4.1.1. *Cas du moût et du vin*

Opérer directement sur le moût ou le vin.

## 4.1.2. Cas du moût concentré rectifié

Diluer le moût concentré rectifié avec de l'eau pour obtenir une concentration de  $25 \pm 0,5$  pour 100 (m/m) en sucres totaux (25 ° Brix).

Si P est la teneur pour 100 (m/m) en sucres totaux du moût concentré rectifié, peser une masse égale à

$$\frac{2\,500}{P}$$

et compléter à 100 g avec de l'eau. L'eau utilisée doit avoir une conductivité inférieure à 2 microsiemens par centimètre.

## 4.2. Mise au zéro de l'appareil

La mise au zéro s'effectue avant toute mesure, en suivant les indications données pour l'appareil utilisé.

## 4.3. Étalonnage du pH mètre

L'étalonnage s'effectue à 20 °C en suivant les indications données pour l'appareil utilisé avec les solutions tampons de pH 6,88 et 3,57 à 20 °C.

Utiliser la solution tampon de pH 4,00 à 20 °C pour contrôler le calibrage de l'échelle.

## 4.4. Mesure

Plonger l'électrode dans l'échantillon analysé dont la température doit être comprise entre 20 et 25 °C et aussi proche que possible de 20 °C. Lire directement sur l'échelle la valeur du pH.

Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

## 5. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Le pH du moût, du vin ou de la solution à 25 pour 100 (m/m) (25 ° Brix) du moût concentré rectifié est exprimé avec 2 décimales.



▼B

## 25. DIOXYDE DE SOUFRE

## 1. DÉFINITIONS

On appelle dioxyde de soufre, le dioxyde de soufre présent dans le moût ou le vin sous les formes suivantes:  $\text{H}_2\text{SO}_3$ ,  $\text{H}^+$   $\text{SO}_3^-$  dont l'équilibre est fonction du pH et de la température:



$\text{H}_2\text{SO}_3$  représente le dioxyde de soufre moléculaire.

On appelle dioxyde de soufre total l'ensemble des différentes formes de dioxyde de soufre présentes dans le vin à l'état libre ou combiné à ses constituants.

## 2. DIOXYDE DE SOUFRE LIBRE ET TOTAL

## 2.1. Principe des méthodes

2.1.1. *Méthode de référence*

## 2.1.1.1. Cas des vins et des moûts

Le dioxyde de soufre est entraîné par un courant d'air ou d'azote; il est fixé et oxydé par barbotage dans une solution diluée et neutre de peroxyde d'hydrogène. L'acide sulfurique formé est dosé par une solution titrée d'hydroxyde de sodium. Le dioxyde de soufre libre est extrait du vin par entraînement à froid (10 °C).

Le dioxyde de soufre total est extrait du vin par entraînement à chaud (100 °C environ).

## 2.1.1.2. Cas des moûts concentrés rectifiés

Le dioxyde de soufre total est extrait par entraînement à chaud (100 °C environ) du moût concentré rectifié préalablement dilué.

2.1.2. *Méthode rapide d'essai* (cas des vins et des moûts)

Le dioxyde de soufre libre est dosé par titrage iodométrique direct.

Le dioxyde de soufre combiné est dosé, à la suite, par titrage iodométrique après hydrolyse alcaline. Ajouté au dioxyde de soufre libre, il permet d'obtenir le dioxyde de soufre total.

2.2. **Méthode de référence**2.2.1. *Appareillage*

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

▼B

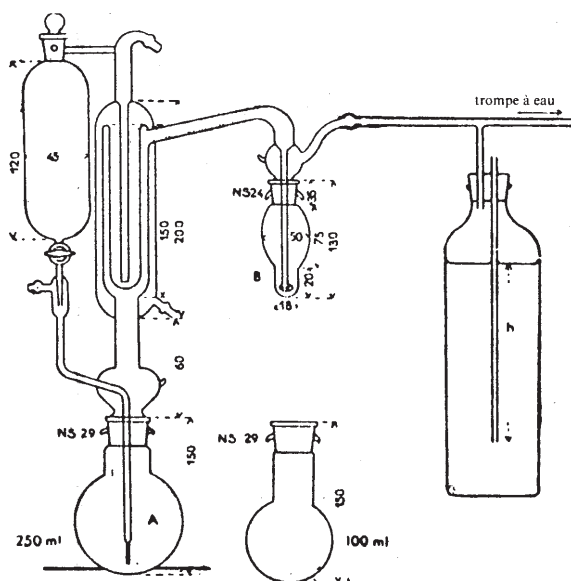


Figure 1

Les dimensions sont indiquées en millimètres. Les diamètres internes des 4 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 de 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 débitmètre à tube semi-capillaire entre le barboteur et le flacon.

## 2.2.1.2. Microburette.

## 2.2.2. Réactifs

2.2.2.1. Acide phosphorique à 85 pour 100 ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) ( $\rho_{20} = 1,71 \text{ g/ml}$ ).2.2.2.2. Solution de peroxyde d'hydrogène à 9,1 g d' $\text{H}_2\text{O}_2$ /l (3 volumes).

2.2.2.3. Réactif indicateur:

|                         |        |
|-------------------------|--------|
| rouge de méthyle .....  | 100 mg |
| bleu de méthylène ..... | 50 mg  |
| alcool à 50 % vol. .... | 100 ml |

2.2.2.4. Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), 0,01 M.

## 2.2.3. Mode opératoire

## 2.2.3.1. Dosage du dioxyde de soufre libre

Le vin doit être maintenu à 20 °C en flacon plein et bouché pendant 2 jours avant le dosage.

— Dans le barboteur B, placer 2 à 3 ml de solution de peroxyde d'hydrogène (2.2.2.2) 10 gouttes de réactif indicateur et neutraliser la solution de peroxyde d'hydrogène par la solution 0,01 M d'hydroxyde de sodium (2.2.2.4). Adapter ce barboteur à l'appareil.

— Dans le ballon A de 250 ml de l'appareil à entraînement, introduire 50 ml d'échantillon et 15 ml d'acide phosphorique (2.2.2.1). Mettre en place le ballon.

## ▼B

Faire ensuite barboter l'air (ou l'azote) pendant 15 minutes. Le dioxyde de soufre 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 M (2.2.2.4). Soit  $n$  le nombre de millilitres versés.

## 2.2.3.2. Expression des résultats

Le dioxyde de soufre libre est exprimé en milligrammes par litre (mg/l) sans décimale.

## 2.2.3.2.1. Calcul

Dioxyde de soufre libre en milligrammes par litre:  $6,4 \cdot n$ .

## 2.2.3.3. Dosage du dioxyde de soufre total

2.2.3.3.1. Dans le cas des moûts concentrés rectifiés, utiliser la solution obtenue en diluant l'échantillon à analyser à 40 pour 100 (m/v) comme il est indiqué au chapitre «Acidité totale» en 5.1.2. Dans le ballon A de 250 ml de l'appareil à entraînement, introduire 50 ml de cette solution et 5 ml d'acide phosphorique (2.2.2.1). Mettre en place le ballon.

## 2.2.3.3.2. Cas des vins et des moûts

Teneur présumée de l'échantillon  $\leq 50$  mg/l  $\text{SO}_2$  total. Dans le ballon A de 250 ml de l'appareil à entraînement, introduire 50 ml d'échantillon et 15 ml d'acide phosphorique (2.2.2.1). Mettre en place le ballon.

Toutefois, jusqu'au ►M5 31 août 1996 ◀ au plus tard, pour analyser la teneur en dioxyde de soufre des jus de raisins on emploie 5 ml d'acide phosphorique (2.2.2.1) dilué à 25 pour 100 (m/v).

2.2.3.3.3. Teneur présumée de l'échantillon  $\geq 50$  mg/l de  $\text{SO}_2$  total. Dans le ballon A de 100 ml de l'appareil à entraînement, introduire 20 ml d'échantillon et 5 ml d'acide phosphorique (2.2.2.1). Mettre en place le ballon.

Placer dans le barboteur B 2 à 3 ml de solution de peroxyde d'hydrogène (2.2.2.2), la neutraliser comme précédemment, porter le vin contenu dans le ballon A à l'ébullition au moyen d'une petite flamme de 4 à 5 cm de haut 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 pyrogénéation des matières extractives du vin sur les parois du ballon.

Maintenir l'ébullition pendant le passage du courant d'air (ou d'azote). En 15 minutes, le dioxyde de soufre total a été entraîné et oxydé. Doser l'acide sulfurique formé par la solution 0,01 M d'hydroxyde de sodium (2.2.2.4).

Soit  $n$  le nombre de millilitres versés.

## 2.2.3.4. Expression des résultats

Le dioxyde de soufre total est exprimé en milligrammes par litre (mg/l) respectivement en milligrammes par kilogramme (mg/kg) de sucres totaux sans décimale.

## 2.2.3.4.1. Calcul

— *Cas des vins et des moûts*

Dioxyde de soufre total en milligrammes par litre.

— Échantillons pauvres en dioxyde de soufre (prise d'essai 50 ml):

$$6,4 \cdot n$$

— Autres échantillons (prise d'essai 20 ml):

$$16 \cdot n$$

— *Cas des moûts concentrés rectifiés*

Dioxyde de soufre en milligrammes par kilo de sucres totaux (prise d'essai 50 ml d'échantillon préparé) (2.2.3.3.1):

$$\frac{1600 \cdot n}{P}$$

$P$  = teneur pour 100 (m/m) en sucres totaux

2.2.3.4.2. Répétabilité ( $r$ )

Teneur  $< 50$  mg/l (prise d'essai de 50 ml),  $r = 1$  mg/l

**▼B**

Teneur > 50 mg/l (prise d'essai de 20 ml), r = 6 mg/l

## 2.2.3.4.3. Reproductibilité (R)

Teneur < 50 mg/l (prise d'essai de 50 ml), R = 9 mg/l

Teneur > 50 mg/l (prise d'essai de 20 ml), R = 15 mg/l

**▼M8****▼B**

## 3. DIOXYDE DE SOUFRE MOLÉCULAIRE

## 3.1. Principe de la méthode

Le pourcentage de dioxyde de soufre moléculaire,  $\text{H}_2\text{SO}_3$ , dans le dioxyde de soufre libre, est évalué en fonction du pH, du titre alcoométrique et de la température.

Pour une température et un titre alcoométrique donnés:



$$[\text{H}_2\text{SO}_3] = \frac{L}{10^{(\text{pH}-\text{pk}_M)} + 1} \quad (1)$$

avec

$$\text{pk}_M = \text{pk}_T - \frac{A \sqrt{I}}{1 + B \sqrt{I}}$$

$$L = [\text{H}_2\text{SO}_3] + [\text{HSO}_3^-]$$

I = force ionique

A et B = coefficients qui varient avec la température et le titre alcoométrique

$K_T$  = constante thermodynamique de dissociation; la valeur de  $\text{pk}_T$  est donnée dans le tableau 1 en fonction du titre alcoométrique et de la température

$K_M$  = constante mixte de dissociation

En prenant pour la force ionique i la valeur moyenne 0,038 le tableau 2 donne les valeurs de  $\text{pk}_M$  en fonction de la température et du titre alcoométrique.

La teneur en dioxyde de soufre moléculaire calculée à partir de la relation (1) est donnée dans le tableau 3 en fonction du pH, de la température et du titre alcoométrique.

## 3.2. Calcul

Connaissant le pH du vin, son titre alcoométrique, le pourcentage de dioxyde de soufre moléculaire est donné par le tableau 3 pour la température t °C; soit X %.

Teneur en dioxyde de soufre moléculaire en mg/l:

X · C

C = teneur en dioxyde de soufre libre en mg/l.

▼**B**

TABLEAU 1

Valeurs de la constante thermodynamique  $pK_t$ 

| Alcool % en volume | Température °C |       |       |       |       |
|--------------------|----------------|-------|-------|-------|-------|
|                    | 20             | 25    | 30    | 35    | 40    |
| 0                  | 1,798          | 2,000 | 2,219 | 2,334 | 2,493 |
| 5                  | 1,897          | 2,098 | 2,299 | 2,397 | 2,527 |
| 10                 | 1,997          | 2,198 | 2,394 | 2,488 | 2,606 |
| 15                 | 2,099          | 2,301 | 2,503 | 2,607 | 2,728 |
| 20                 | 2,203          | 2,406 | 2,628 | 2,754 | 2,895 |

TABLEAU 2

Valeurs de la constante mixte  $pK_M$  ( $I = 0,038$ )

| Alcool % en volume | Température °C |       |       |       |       |
|--------------------|----------------|-------|-------|-------|-------|
|                    | 20             | 25    | 30    | 35    | 40    |
| 0                  | 1,723          | 1,925 | 2,143 | 2,257 | 2,416 |
| 5                  | 1,819          | 2,020 | 2,220 | 2,317 | 2,446 |
| 10                 | 1,916          | 2,116 | 2,311 | 2,405 | 2,522 |
| 15                 | 2,014          | 2,216 | 2,417 | 2,520 | 2,640 |
| 20                 | 2,114          | 2,317 | 2,538 | 2,663 | 2,803 |

TABLEAU 3

Dioxyde de soufre moléculaire en pourcentage du dioxyde de soufre libre ( $I = 0,038$ )

| pH        | T = 20 °C          |       |       |       |       |
|-----------|--------------------|-------|-------|-------|-------|
|           | Alcool % en volume |       |       |       |       |
|           | 0                  | 5     | 10    | 15    | 20    |
| 2,8       | 7,73               | 9,46  | 11,55 | 14,07 | 17,09 |
| 2,9       | 6,24               | 7,66  | 9,40  | 11,51 | 14,07 |
| 3,0       | 5,02               | 6,18  | 7,61  | 9,36  | 11,51 |
| 3,1       | 4,03               | 4,98  | 6,14  | 7,58  | 9,36  |
| 3,2       | 3,22               | 3,99  | 4,94  | 6,12  | 7,58  |
| 3,3       | 2,58               | 3,20  | 3,98  | 4,92  | 6,12  |
| 3,4       | 2,06               | 2,56  | 3,18  | 3,95  | 4,92  |
| 3,5       | 1,64               | 2,04  | 2,54  | 3,16  | 3,95  |
| 3,6       | 1,31               | 1,63  | 2,03  | 2,53  | 3,16  |
| 3,7       | 1,04               | 1,30  | 1,62  | 2,02  | 2,53  |
| 3,8       | 0,83               | 1,03  | 1,29  | 1,61  | 2,02  |
| T = 25 °C |                    |       |       |       |       |
| 2,8       | 11,47              | 14,23 | 17,15 | 20,67 | 24,75 |
| 2,9       | 9,58               | 11,65 | 14,12 | 17,15 | 22,71 |
| 3,0       | 7,76               | 9,48  | 11,55 | 14,12 | 17,18 |
| 3,1       | 6,27               | 7,68  | 9,40  | 11,55 | 14,15 |
| 3,2       | 5,04               | 6,20  | 7,61  | 9,40  | 11,58 |
| 3,3       | 4,05               | 4,99  | 6,14  | 7,61  | 9,42  |
| 3,4       | 3,24               | 4,00  | 4,94  | 6,14  | 7,63  |
| 3,5       | 2,60               | 3,20  | 3,97  | 4,94  | 6,16  |
| 3,6       | 2,07               | 2,56  | 3,18  | 3,97  | 4,55  |
| 3,7       | 1,65               | 2,05  | 2,54  | 3,18  | 3,98  |
| 3,8       | 1,32               | 1,63  | 2,03  | 2,54  | 3,18  |

## ▼B

| pH        | T = 20 °C          |       |       |       |       |
|-----------|--------------------|-------|-------|-------|-------|
|           | Alcool % en volume |       |       |       |       |
|           | 0                  | 5     | 10    | 15    | 20    |
| T = 30 °C |                    |       |       |       |       |
| 2,8       | 18,05              | 20,83 | 24,49 | 29,28 | 35,36 |
| 2,9       | 14,89              | 17,28 | 20,48 | 24,75 | 30,29 |
| 3,0       | 12,20              | 14,23 | 16,98 | 20,71 | 25,66 |
| 3,1       | 9,94               | 11,65 | 13,98 | 17,18 | 21,52 |
| 3,2       | 8,06               | 9,48  | 11,44 | 14,15 | 17,88 |
| 3,3       | 6,51               | 7,68  | 9,30  | 11,58 | 14,75 |
| 3,4       | 5,24               | 6,20  | 7,53  | 9,42  | 12,08 |
| 3,5       | 4,21               | 4,99  | 6,08  | 7,63  | 9,84  |
| 3,6       | 3,37               | 4,00  | 4,89  | 6,16  | 7,98  |
| 3,7       | 2,69               | 3,21  | 3,92  | 4,95  | 6,44  |
| 3,8       | 2,16               | 2,56  | 3,14  | 3,98  | 5,19  |
| T = 35 °C |                    |       |       |       |       |
| 2,8       | 22,27              | 24,75 | 28,71 | 34,42 | 42,18 |
| 2,9       | 18,53              | 20,71 | 24,24 | 29,42 | 36,69 |
| 3,0       | 15,31              | 17,18 | 20,26 | 24,88 | 31,52 |
| 3,1       | 12,55              | 14,15 | 16,79 | 20,83 | 26,77 |
| 3,2       | 10,24              | 11,58 | 13,82 | 17,28 | 22,51 |
| 3,3       | 8,31               | 9,42  | 11,30 | 14,23 | 18,74 |
| 3,4       | 6,71               | 7,63  | 9,19  | 11,65 | 15,49 |
| 3,5       | 5,44               | 6,16  | 7,44  | 9,48  | 12,71 |
| 3,6       | 4,34               | 4,95  | 6,00  | 7,68  | 10,36 |
| 3,7       | 3,48               | 3,98  | 4,88  | 6,20  | 8,41  |
| 3,8       | 2,78               | 3,18  | 3,87  | 4,99  | 6,80  |
| T = 40 °C |                    |       |       |       |       |
| 2,8       | 29,23              | 30,68 | 34,52 | 40,89 | 50,14 |
| 2,9       | 24,70              | 26,01 | 29,52 | 35,47 | 44,74 |
| 3,0       | 20,67              | 21,83 | 24,96 | 30,39 | 38,85 |
| 3,1       | 17,15              | 18,16 | 20,90 | 25,75 | 33,54 |
| 3,2       | 14,12              | 14,98 | 17,35 | 21,60 | 28,62 |
| 3,3       | 11,55              | 12,28 | 14,29 | 17,96 | 24,15 |
| 3,4       | 9,40               | 10,00 | 11,70 | 14,81 | 20,19 |
| 3,5       | 7,61               | 8,11  | 9,52  | 12,13 | 16,73 |
| 3,6       | 6,14               | 6,56  | 7,71  | 9,88  | 13,77 |
| 3,7       | 4,94               | 5,28  | 6,22  | 8,01  | 11,25 |
| 3,8       | 3,97               | 4,24  | 5,01  | 6,47  | 9,15  |

## ▼B

## 26. SODIUM

## 1. PRINCIPE DES MÉTHODES

1.1. **Méthode de référence: spectrophotométrie d'absorption atomique**

Le sodium est dosé directement dans le vin par spectrophotométrie d'absorption atomique après addition d'un tampon spectral de chlorure de césium pour éviter l'ionisation du sodium.

1.2. **Méthode usuelle: photométrie de flamme**

Le sodium est dosé directement dans le vin dilué au moins 1/10<sup>e</sup> par photométrie de flamme.

## 2. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

2.1. **Réactifs**2.1.1. *Solution de sodium à 1 g par litre*

Utiliser une solution standard de sodium du commerce à 1 g/l. Cette solution peut être préparée en dissolvant 2,542 g de chlorure de sodium NaCl, desséché, dans de l'eau distillée et en ajustant le volume à 1 litre.

Conserver cette solution dans un flacon en polyéthylène.

2.1.2. *Solution modèle*

|  |        |
|--|--------|
| Acide citrique C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> , H <sub>2</sub> O ..... | 3,5 g  |
| Saccharose C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>11</sub> .....                     | 1,5 g  |
| Glycérol C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub> .....                          | 5,0 g  |
| Chlorure de calcium anhydre Ca Cl <sub>2</sub> .....                                 | 50 mg  |
| Chlorure de magnésium anhydre Mg Cl <sub>2</sub> .....                               | 50 mg  |
| Alcool absolu C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH .....                                 | 50 ml  |
| Eau q.s.p. ....  | 500 ml |

2.1.3. *Solution de chlorure de césium à 5 pour 100 en césium*

Dissoudre 6,330 g de chlorure de césium, Cs Cl, dans 100 ml d'eau distillée.

2.2. **Appareils**

2.2.1. Spectrophotomètre d'absorption atomique équipé d'un brûleur alimenté par de l'air et de l'acétylène.

2.2.2. Lampe à cathode creuse au sodium.

2.3. **Mode opératoire**2.3.1. *Préparation de l'échantillon*

Prélever 2,5 ml de vin, les placer dans une fiole jaugée de 50 ml, ajouter 1 ml de la solution de chlorure de césium (2.1.3) et amener au trait repère avec de l'eau distillée.

2.3.2. *Étalonnage*

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml introduire 5,0 ml de solution modèle, placer 0 - 2,5 - 5 - 7,5 - 10 ml de la solution de sodium à 1 g/l (2.1.1) préalablement diluée 1/100, ajouter dans toutes les fioles 2 ml de la solution de chlorure de césium (2.1.3) et ajuster le volume à 100 ml avec de l'eau distillée.

Les solutions étalons préparées titrent respectivement 0 - 0,25 - 0,50 - 0,75 - 1,00 mg de sodium par litre et contiennent 1 g de césium par litre. Ces solutions seront conservées dans des flacons en polyéthylène.

2.3.3. *Dosage*

Sélectionner la longueur d'onde 589,0 nm. Régler le zéro de l'échelle des absorbances avec la solution modèle contenant 1 g de césium par litre (2.3.2). Aspirer directement le vin dilué dans le brûleur du spec-

**▼B**

trophotomètre puis successivement les solutions étalons (2.3.2). Relever les absorbances. Effectuer les déterminations en double.

**2.4. Expression des résultats****2.4.1. Mode de calcul**

Tracer la courbe de variation de l'absorbance en fonction de la concentration en sodium des solutions étalons.

Reporter la valeur moyenne des absorbances obtenues pour l'échantillon sur cette courbe et déterminer la concentration C en sodium en milligrammes par litre.

La concentration en sodium exprimée en milligrammes par litre de vin sans décimale sera:

$$20 \cdot C$$

**2.4.2. Répétabilité (r)**

$$r = 1 + 0,024 x_i \text{ mg/l}$$

$x_i$  = concentration en sodium de l'échantillon en mg/l.

**2.4.3. Reproductibilité (R)**

$$R = 2,5 + 0,05 x_i \text{ mg/l}$$

$x_i$  = concentration en sodium de l'échantillon en mg/l.

**▼M8**

---



▼B

## 27. POTASSIUM

## 1. PRINCIPE DES MÉTHODES

1.1. **Méthode de référence**

Le potassium est dosé directement dans le vin dilué par spectrophotométrie d'absorption atomique après addition d'un tampon spectral de chlorure de césium pour éviter l'ionisation du potassium.

1.2. **Méthode usuelle**

Le potassium est dosé directement dans le vin dilué par photométrie de flamme.

## 2. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

2.1. **Réactifs**2.1.1. *Solution de potassium à 1 g par litre*

Utiliser une solution standard de potassium du commerce à 1 g/l. Cette solution peut être préparée en dissolvant 4,813 g de tartrate acide de potassium ( $C_4H_5KO_6$ ) dans de l'eau distillée et en ajustant le volume à 1 litre.

2.1.2. *Solution modèle*

|   |        |
|---|--------|
| Acide citrique ( $C_6H_8O_7$ , $H_2O$ ) .....     | 3,5 g  |
| Saccharose ( $C_{12}H_{22}O_{11}$ ) .....         | 1,5 g  |
| Glycérol ( $C_3H_8O_3$ ) .....                    | 5,0 g  |
| Chlorure de calcium anhydre ( $Ca Cl_2$ ) .....   | 50 mg  |
| Chlorure de magnésium anhydre ( $Mg Cl_2$ ) ..... | 50 mg  |
| Alcool absolu ( $C_2H_5OH$ ) .....                | 50 ml  |
| Eau q.s.p. ....                                   | 500 ml |

2.1.3. *Solution de chlorure de césium à 5 pour 100 en césium*

Dissoudre 6,330 g de chlorure de césium ( $Cs Cl$ ) dans 100 ml d'eau distillée.

2.2. **Appareils**

2.2.1. Spectrophotomètre d'absorption atomique équipé d'un brûleur alimenté par de l'air et de l'acétylène.

2.2.2. Lampe à cathode creuse au potassium.

2.3. **Mode opératoire**2.3.1. *Préparation de l'échantillon*

Prélever 2,5 ml de vin (préalablement dilué 1/10<sup>e</sup>), les placer dans une fiole jaugée de 50 ml, ajouter 1 ml de la solution de chlorure de césium (2.1.3) et amener au trait de jauge avec de l'eau distillée.

2.3.2. *Étalonnage*

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire 5 ml de solution modèle (2.1.2) placer 0 - 2,0 - 4,0 - 6,0 - 8,0 ml de la solution de potassium à 1 g par litre (2.1.1) (préalablement diluée au 1/10<sup>e</sup>), ajouter dans toutes les fioles 2 ml de la solution de chlorure de césium (2.1.3), ajuster le volume à 100 ml avec de l'eau distillée. Les solutions-étalons préparées titrent respectivement 0 - 2 - 4 - 6 - 8 mg de potassium par litre et contiennent 1 g de césium par litre. Ces solutions seront conservées dans des flacons en polyéthylène.

2.3.3. *Dosage*

Sélectionner la longueur d'onde 769,9 nm. Régler le zéro de l'échelle des absorbances avec la solution modèle contenant 1 g de césium par litre (2.3.2). Aspirer directement le vin dilué (2.3.1) dans le brûleur du spectrophotomètre puis successivement les solutions étalons (2.3.2); relever les absorbances. Effectuer les déterminations en double.

**▼B****2.4. Expression des résultats****2.4.1. Mode de calcul**

Tracer la courbe de variation de l'absorbance en fonction de la concentration en potassium des solutions-étalons.

Reporter la valeur moyenne des absorbances obtenues pour l'échantillon de vin dilué sur cette courbe et déterminer la concentration C en potassium en milligrammes par litre.

La concentration en potassium exprimée en milligrammes par litre de vin, sans décimale, sera:  $F \cdot C$

F = facteur de dilution (ici 200).

**2.4.2. Répétabilité (r)**

r = 35 mg/l.

**2.4.3. Reproductibilité (R)**

R = 66 mg/l.

**2.4.4. Autres expressions des résultats**

— en milliéquivalents par litre:  $0,0256 \cdot F \cdot C$

— en tartrate acide de potassium en milligrammes par litre

$4,813 \cdot F \cdot C$ .

**▼M8**

**▼B****28. MAGNÉSIUM****1. PRINCIPE**

Le magnésium est dosé directement dans le vin convenablement dilué par spectrophotométrie d'absorption atomique.

**2. RÉACTIFS****2.1. Solution étalon concentrée de magnésium titrant 1 g par litre**

Utiliser une solution standard de magnésium du commerce, à 1 g/l. Cette solution peut être préparée en dissolvant 8,3646 g de chlorure de magnésium ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau distillée et en ajustant le volume à 1 litre.

**2.2. Solution étalon diluée de magnésium titrant 5 mg par litre**

*Remarque:*

Conserver les solutions-étalons de magnésium dans des flacons en polyéthylène.

**3. APPAREILLAGE**

3.1. Spectrophotomètre d'absorption atomique équipé d'un brûleur alimenté par de l'air et de l'acétylène.

3.2. Lampe à cathode creuse au magnésium.

**4. MODE OPÉRATOIRE****4.1. Préparation de l'échantillon**

Diluer le vin au 1/100<sup>e</sup> avec de l'eau distillée.

**4.2. Étalonnage**

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, placer 5 - 10 - 15 et 20 ml de la solution 2.2 et compléter à 100 ml avec de l'eau distillée. Les solutions préparées titrent respectivement 0,25 - 0,50 - 0,75 - 1 mg de magnésium par litre. Ces solutions seront conservées dans des flacons en polyéthylène.

**4.3. Dosage**

Sélectionner la longueur d'onde 285 nm. Régler le zéro de l'échelle des absorbances avec de l'eau distillée. Aspirer directement le vin dilué dans le brûleur du spectrophotomètre, puis successivement les solutions-étalons préparées en 4.2.

Relever les absorbances; effectuer les déterminations en double.

**5. EXPRESSION DES RÉSULTATS****5.1. Mode de calcul**

Tracer la courbe de variation de l'absorbance en fonction de la concentration en magnésium des solutions-étalons.

Reporter la valeur moyenne des absorbances obtenues pour l'échantillon de vin dilué sur cette courbe et déterminer la concentration en C en magnésium.

La concentration en magnésium exprimée en milligrammes par litre de vin sans décimale sera:

$$100 \cdot C.$$

**5.2. Répétabilité (r)**

$$r = 3 \text{ mg/l.}$$

**5.3. Reproductibilité (R)**

$$R = 8 \text{ mg/l.}$$

**▼B****29. CALCIUM****1. PRINCIPE**

Le calcium est dosé directement dans le vin convenablement dilué par spectrophotométrie d'absorption atomique, après addition d'un tampon spectral.

**2. RÉACTIFS****2.1. Solution étalon de calcium titrant 1 g par litre**

Utiliser une solution standard de calcium du commerce, à 1 g/l. Cette solution peut être préparée en dissolvant 2,5 g de carbonate de calcium ( $\text{Ca CO}_3$ ), dans la quantité suffisante de HCl dilué au 1/10<sup>e</sup> (v/v) pour obtenir sa dissolution et en ajustant le volume à 1 litre avec de l'eau distillée.

**2.2. Solution étalon diluée de calcium titrant 50 mg par litre**

*Remarque:*

Conserver les solutions-étalons de calcium dans des flacons en polyéthylène.

**2.3. Solution de chlorure de lanthane à 50 g/l en lanthane**

Dissoudre 13,369 g de chlorure de lanthane ( $\text{La Cl}_3, 7 \text{ H}_2\text{O}$ ), dans de l'eau distillée; ajouter 1 ml de HCl dilué 1/10 (v/v) et ajuster le volume à 100 ml.

**3. APPAREILLAGE**

3.1. Spectrophotomètre d'absorption atomique équipé d'un brûleur alimenté par de l'air et de l'acétylène.

3.2. Lampe à cathode creuse au calcium.

**4. MODE OPÉRATOIRE****4.1. Préparation de l'échantillon**

Dans une fiole jaugée de 20 ml, placer 1 ml de vin, 2 ml de solution 2.3 et amener au trait de jauge avec de l'eau distillée. Le vin dilué au 1/20<sup>e</sup> titre 5 g de lanthane par litre.

*Remarque:*

Pour les vins doux, la concentration de 5 g de lanthane par litre est suffisante à condition que la dilution amène la teneur en sucres à moins de 2,5 g par litre. Pour des concentrations supérieures en sucres, il est nécessaire de porter à 10 g par litre la teneur en lanthane.

**4.2. Étalonnage**

Dans cinq fioles jaugées de 100 ml placer 0 - 5 - 10 - 15 et 20 ml de la solution 2.2, ajouter dans toutes les fioles 10 ml de la solution 2.3 et ajuster le volume à 100 ml avec de l'eau distillée. Les solutions-étalons préparées titrent respectivement 0 - 2,5 - 5 - 7,5 et 10 mg de calcium par litre et contiennent 5 g de lanthane par litre. Ces solutions seront conservées dans des flacons en polyéthylène.

**4.3. Dosage**

Sélectionner la longueur d'onde 422,7 nm. Régler le zéro de l'échelle des absorbances avec la solution contenant 5 g de lanthane par litre (4.2). Aspirer directement le vin dilué dans le brûleur du spectrophotomètre, puis successivement les solutions-étalons préparées en 4.2. Relever les absorbances. Effectuer les déterminations en double.

**5. EXPRESSION DES RÉSULTATS****5.1. Mode de calcul**

Tracer la courbe de variation de l'absorbance en fonction de la concentration en calcium des solutions-étalons.

**▼B**

Reporter la valeur moyenne des absorbances obtenues pour l'échantillon de vin dilué sur cette courbe et déterminer sa concentration  $C$  en calcium. La concentration en calcium exprimé en milligrammes par litre de vin sans décimale sera:

$$20 \cdot C$$

**5.2. Répétabilité (r)**

$$\text{Teneur} < 60 \text{ mg/l: } r = 2,7 \text{ mg/l}$$

$$\text{Teneur} > 60 \text{ mg/l: } r = 4 \text{ mg/l.}$$

**5.3. Reproductibilité (R)**

$$R = 0,114 x_i - 0,5$$

$x_i$  = concentration en mg/l de l'échantillon.

**▼B****30. FER**

## 1. PRINCIPE DES MÉTHODES

**MÉTHODE DE RÉFÉRENCE**

Après dilution convenable du vin et élimination de l'alcool, le fer est dosé directement par spectrophotométrie d'absorption atomique.

**MÉTHODE USUELLE**

Après minéralisation du vin par le perhydrol, le fer qui se trouve à l'état de fer III est réduit à l'état de fer II est dosé grâce à la coloration rouge qu'il donne avec l'orthophénanthroline.

## 2. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

2.1. **Réactifs**

## 2.1.1. Solution étalon concentrée de fer III titrant 1 g par litre.

Utiliser une solution standard du commerce à 1 g/l. Cette solution peut être préparée en dissolvant 8,6341 g de sulfate de fer III et d'ammonium ( $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau distillée légèrement acidifiée par de l'acide chlorhydrique M et en ajustant le volume à 1 litre.

## 2.1.2. Solution étalon diluée de fer titrant 100 milligrammes par litre.

2.2. **Appareillage**

## 2.2.1. Évaporateur rotatif avec bain d'eau thermostaté.

## 2.2.2. Spectrophotomètre d'absorption atomique équipé d'un brûleur alimenté par de l'air et de l'acétylène.

## 2.2.3. Lampe à cathode creuse en fer.

2.3. **Mode opératoire**2.3.1. *Préparation de l'échantillon*

Éliminer l'alcool du vin par concentration du volume de l'échantillon au demi à l'aide d'un évaporateur rotatif (50-60 °C). Ramener au volume initial avec de l'eau distillée.

Effectuer si nécessaire une dilution préalablement au dosage.

2.3.2. *Étalonnage*

Dans cinq fioles jaugées de 100 ml, placer 1 - 2 - 3 - 4 - 5 ml de la solution de fer à 100 milligrammes par litre (2.1.2) et compléter à 100 ml avec de l'eau distillée. Les solutions préparées titrent respectivement 1 - 2 - 3 - 4 - 5 mg de fer par litre.

Ces solutions seront conservées dans des flacons en polyéthylène.

2.3.3. *Dosage*

Sélectionner la longueur d'onde 248,3 nm. Régler le zéro de l'échelle des absorbances avec de l'eau distillée. Aspirer directement l'échantillon dilué dans le brûleur du spectrophotomètre puis successivement les solutions-étalons préparées en 2.3.2. Relever les absorbances. Effectuer les déterminations en double.

2.4. **Expression des résultats**2.4.1. *Mode de calcul*

Tracer la courbe de variation de l'absorbance en fonction de la concentration en fer des solutions-étalons. Reporter la valeur moyenne de l'absorbance obtenue pour l'échantillon de vin dilué sur cette courbe et déterminer la concentration en fer C.

▼ B

La concentration en fer exprimée en milligrammes par litre de vin avec  
1 décimale sera:

$C \cdot F$

F = facteur de dilution.

▼ M8 \_\_\_\_\_

▼**B****31. CUIVRE****1. PRINCIPE DE LA MÉTHODE**

Emploi de la spectrophotométrie d'absorption atomique.

**2. APPAREILS**

2.1. Capsule de platine.

2.2. Spectrophotomètre d'absorption atomique.

2.3. Lampe à cathode creuse au cuivre.

2.4. Gaz d'alimentation: air/acétylène ou protoxyde d'azote/acétylène.

**3. RÉACTIFS**

3.1. Cuivre métal.

3.2. Acide nitrique concentré 65 % (HNO<sub>3</sub>, ρ<sub>20</sub> = 1,38 g/ml).

3.3. Acide nitrique dilué 1/2 (v/v).

**3.4. Solution de cuivre à 1 g/l**

Utiliser une solution standard de cuivre du commerce, a 1 g/l. Cette solution peut être préparée en pesant 1,000 g de cuivre métal et en transférant quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter de l'acide nitrique dilué 1/2 (3.3), en quantité strictement suffisante pour dissoudre le métal, ajouter 10 ml d'acide nitrique concentré (3.2), porter au trait repère avec de l'eau bidistillée.

**3.5. Solution de cuivre à 100 mg/l**

Prélever 10 ml de la solution 3.4 et les placer dans une fiole jaugée de 100 ml en complétant le volume avec de l'eau bidistillée.

**4. MODE OPÉRATOIRE****4.1. Préparation de l'échantillon et dosage du cuivre**

Si nécessaire préparer une dilution appropriée avec de l'eau bidistillée.

**4.2. Étalonnage**

Prélever 0,5 - 1 - 2 ml de solution 3.5 (100 mg de cuivre par litre), les placer dans des fioles jaugées de 100 ml en complétant le volume avec de l'eau bidistillée; les solutions obtenues contiennent respectivement 0,5 - 1 - 2 mg/l de cuivre.

**4.3. Dosage**

Sélectionner la longueur d'onde 324,8 nm. Régler le zéro de l'échelle des absorbances avec de l'eau bidistillée. Aspirer directement l'échantillon dilué dans le brûleur du spectrophotomètre puis successivement les solutions-étalons préparées en 4.2. Relever les absorbances. Effectuer les déterminations en double.

**5. EXPRESSION DES RÉSULTATS****5.1. Mode de calcul**

Tracer la courbe de variation de l'absorbance en fonction de la concentration en cuivre des solutions-étalons.

Reporter l'absorbance lue pour l'échantillon du vin dilué sur la courbe d'étalonnage et relever la concentration C en mg/l.

Si F est le facteur de dilution, la teneur du vin en cuivre en milligrammes par litre est: F · C. Elle est donnée avec 2 décimales.

*Remarques:*

a) 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.



**▼B**

- b) 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 d'eau à 100 °C jusqu'à consistance sirupeuse, ajouter goutte à goutte 2,5 ml d'acide nitrique concentré (3.2) 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 °C  $\pm$  25 °C, la laisser pendant environ une heure. Après refroidissement, humecter les cendres avec 1 ml d'acide nitrique concentré (3.2) 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 (3.2) 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 repère avec de l'eau bidistillée.

▼B

## 32. CADMIUM

1. PRINCIPE DE LA MÉTHODE
 

Le cadmium est dosé directement dans le vin par spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme.
2. APPAREILLAGE
 

Toute la verrerie doit être lavée au préalable avec de l'acide nitrique concentré chaud (70-80 °C) et rincée à l'eau bidistillée.

  - 2.1. Spectrophotomètre d'absorption atomique équipé d'un four graphite, d'un correcteur de bruit de fond et d'un enregistreur multipotentométrique.
  - 2.2. Lampe à cathode creuse au cadmium.
  - 2.3. Micropipettes de 5 µl munies d'embouts spéciaux pour mesures d'absorption atomique.
3. RÉACTIFS
 

L'eau utilisée doit être de l'eau bidistillée dans un appareil en verre borosilicaté ou de l'eau de pureté équivalente. Tous les réactifs doivent être de pureté analytique reconnue, et en particulier être exempts de cadmium.

  - 3.1. Acide phosphorique à 85 pour 100 ( $\rho_{20} = 1,71$  g/ml).
  - 3.2. Solution d'acide phosphorique obtenue par dilution de 8 ml d'acide phosphorique à 100 ml avec de l'eau.
  - 3.3. Solution 0,02 M de sel disodique de l'acide éthylènediamine tétracétique (EDTA).
  - 3.4. Solution tampon pH 9 obtenue par dissolution dans une fiole jaugée de 100 ml de 5,4 g de chlorure d'ammonium dans quelques millilitres d'eau, addition de 35 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium ( $\rho_{20} = 0,92$  g/ml) diluée à 25 % (v/v) et ajustage au trait repère avec de l'eau.
  - 3.5. Noir ériochrome T: dilution solide à 1 % (m/m) dans du chlorure de sodium.
  - 3.6. **Sulfate de cadmium ( $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ )**

Le titre du sulfate de cadmium doit être vérifié selon le mode opératoire suivant:

Peser exactement 102,6 mg de l'échantillon de sulfate de cadmium, entraîner quantitativement dans un vase cylindrique avec de l'eau, agiter jusqu'à dissolution; ajouter 5 ml de solution tampon pH 9, 20 mg environ de noir ériochrome T. Titrer à l'aide de la solution d'EDTA jusqu'à virage de l'indicateur au bleu.

Le volume d'EDTA versé doit être égal à 20 ml. Si le volume est peu différent, corriger en conséquence la prise d'essai de sulfate de cadmium pesée utilisée pour la préparation de la solution de référence.
  - 3.7. **Solution de référence de cadmium à 1 g par litre**

Utiliser une solution standard du commerce. Cette solution peut être obtenue par dissolution de 2,2820 g de sulfate de cadmium dans de l'eau et ajustage du volume à 1 litre. Conserver la solution dans un flacon de verre borosilicaté à bouchon rodé.
4. MODE OPÉRATOIRE
  - 4.1. **Préparation de l'échantillon**

Diluer le vin au 1/2 (v/v) avec la solution d'acide phosphorique.
  - 4.2. **Préparation des solutions de la gamme d'étalonnage**

À partir de la solution de référence de cadmium, préparer par dilutions successives des solutions titrant respectivement 2,5 - 5 - 10 - 15 microgrammes de cadmium par litre.

**▼B**4.3. **Détermination**4.3.1. *Programme du four (proposé à titre indicatif)*

Séchage à 100 °C pendant 30 secondes.

Minéralisation à 900 °C pendant 20 secondes.

Atomisation à 2 250 °C pendant 2 à 3 secondes.

Débit d'azote (gaz de balayage): 6 litres par minute.

*Remarque:*

En fin d'opération, montée de température jusqu'à 2 700 °C pour purger le four.

4.3.2. *Mesures d'absorption atomique*

Sélectionner la longueur d'onde 228,8 nm. Régler le zéro de l'échelle des absorbances avec de l'eau bidistillée. Injecter dans le four, à l'aide d'une micropipette, trois fois 5 µl de chacune des solutions de la gamme d'étalonnage et de la solution de l'échantillon à analyser. Enregistrer les absorbances mesurées. Calculer la valeur moyenne de l'absorbance à partir des résultats relatifs aux trois injections.

## 5. EXPRESSION DES RÉSULTATS

5.1. **Mode de calcul**

Tracer la courbe des variations de l'absorbance en fonction des concentrations en cadmium des solutions de la gamme d'étalonnage. La variation est linéaire. Reporter la valeur moyenne de l'absorbance de la solution de l'échantillon sur la droite d'étalonnage, en déduire la concentration C en cadmium. La concentration en cadmium exprimée en microgrammes par litre de vin est égale à:

2 C

**▼B****33. ARGENT**

1. **PRINCIPE DE LA MÉTHODE**

Emploi de la spectrophotométrie d'absorption atomique précédée de la minéralisation de l'échantillon.
2. **APPAREILLAGE**
  - 2.1. Capsule de platine.
  - 2.2. Bain d'eau thermostaté à 100 °C.
  - 2.3. Four régulé à 500-525 °C.
  - 2.4. Spectrophotomètre d'absorption atomique.
  - 2.5. Lampe à cathode creuse à l'argent.
  - 2.6. Gaz d'alimentation: air, acétylène.
3. **RÉACTIFS**
  - 3.1. Nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ ).
  - 3.2. Acide nitrique concentré 65 % ( $\text{HNO}_3$ ,  $\rho_{20} = 1,38$  g/ml).
  - 3.3. Acide nitrique dilué 1/10 (v/v).
  - 3.4. **Solution d'argent à 1 g/l**

Utiliser une solution standard d'argent du commerce.

Cette solution peut être préparée en dissolvant 1,575 g de nitrate d'argent dans l'acide nitrique dilué et en ajustant le volume à 1 000 ml avec l'acide nitrique dilué.
  - 3.5. **Solution d'argent à 10 mg/l**

10 ml de solution 3.4 sont dilués à 1 000 ml avec l'acide nitrique dilué.
4. **MODE OPÉRATOIRE**
  - 4.1. **Préparation de l'échantillon**

Placer 20 ml d'échantillon dans une capsule de platine, évaporer à sec sur bain d'eau à 100 °C bouillant. Incinérer au four jusqu'à cendres blanches à 500-525 °C. Reprendre les cendres avec 1 ml d'acide nitrique concentré (3.2), évaporer au bain d'eau à 100 °C, répéter l'addition de 1 ml d'acide nitrique (3.2) et l'évaporation. Ajouter 5 ml d'acide nitrique dilué (3.3) et chauffer légèrement jusqu'à dissolution.
  - 4.2. **Étalonnage**

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, placer 2 - 4 - 6 - 8 - 10 et 20 ml de solution 3.5 à 10 mg d'argent par litre et porter au trait repère avec l'acide nitrique dilué (3.3). Ces solutions contiennent 0,20 - 0,40 - 0,60 - 0,80 - 1,0 et 2,0 mg/l d'argent.
  - 4.3. **Dosage**

Sélectionner la longueur d'onde 328,1 nm. Régler le zéro de l'échelle des absorbances avec l'acide nitrique dilué (3.3). Aspirer directement le liquide obtenu selon 4.1 dans le brûleur du spectrophotomètre, puis successivement les solutions-étalons. Relever les absorbances. Effectuer les déterminations en double.
5. **EXPRESSION DES RÉSULTATS**
  - 5.1. **Mode de calcul**

Tracer la courbe de variation de l'absorbance en fonction de la concentration en argent des solutions-étalons.

Reporter l'absorbance lue pour le liquide obtenu selon 4.1 sur la courbe d'étalonnage et relever la concentration C en mg/l.

▼B

La teneur du vin en argent, exprimée en milligrammes par litre est:

0,25 C. Elle est donnée avec 2 décimales.

*Remarque:*

Les solutions de référence pour l'établissement 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.

**▼B****34. ZINC****1. PRINCIPE**

Le zinc est dosé directement dans le vin désalcoolisé par spectrophotométrie d'absorption atomique.

**2. RÉACTIFS**

L'eau utilisée doit être de l'eau bidistillée dans un appareil en verre borosilicaté ou de l'eau de pureté équivalente.

**2.1. Solution étalon de zinc à 1 g par litre.**

Utiliser une solution standard de zinc du commerce. Cette solution peut être préparée en dissolvant 4,3975 g de sulfate de zinc ( $Zn SO_4 \cdot 7 H_2O$ ) dans de l'eau et en ajustant le volume à 1 litre.

**2.2. Solution étalon diluée de zinc titrant 100 milligrammes par litre.****3. APPAREILLAGE****3.1. Évaporateur rotatif avec bain d'eau thermostaté.****3.2. Spectrophotomètre d'absorption atomique équipé d'un brûleur alimenté par de l'air et de l'acétylène.****3.3. Lampe à cathode creuse en zinc.****4. MODE OPÉRATOIRE****4.1. Préparation de l'échantillon**

Éliminer l'alcool du vin par concentration au 1/2 de 100 ml de vin placés dans un évaporateur rotatif (température: 50-60 °C), ramener au volume initial de 100 ml avec de l'eau bidistillée.

**4.2. Étalonnage**

Dans quatre fioles jaugées de 100 ml, placer 0,5 - 1 - 1,5 - 2 ml de la solution de zinc à 100 mg/l (2.2) et ajuster au trait de jauge avec de l'eau bidistillée. Les solutions étalons correspondent respectivement à 0,5 - 1 - 1,5 et 2 mg de zinc par litre.

**4.3. Dosage**

Sélectionner la longueur d'onde 213,9 nm. Régler le zéro de l'échelle des absorbances avec de l'eau bidistillée. Aspirer directement le vin dans le brûleur du spectrophotomètre, puis successivement les solutions étalons. Relever les absorbances. Effectuer les déterminations en double.

**5. EXPRESSION DES RÉSULTATS****5.1. Mode de calcul**

Tracer la courbe de variation de l'absorbance en fonction de la concentration en zinc des solutions étalons. Reporter la valeur moyenne des absorbances obtenues pour le vin et déterminer la concentration en zinc en milligrammes par litre de vin, avec 1 décimale.

▼B35. **PLOMB**

## 1. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Le plomb est dosé directement dans le vin par spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme.

## 2. APPAREILLAGE

Toute la verrerie doit être lavée au préalable avec de l'acide nitrique concentré chaud (70-80 °C) et rincée à l'eau bidistillée.

2.1. Spectrophotomètre d'absorption atomique équipé d'un four graphite, d'un correcteur d'absorption non spécifique et d'un enregistreur multi-potentiométrique.

2.2. Lampe à cathode creuse au plomb.

2.3. Micropipettes de 5 µl munies d'embouts spéciaux pour mesures d'absorption atomique.

## 3. RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de pureté analytique reconnue et, en particulier, être exempts de plomb. L'eau utilisée doit être de l'eau bidistillée dans un appareil en verre borosilicaté ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1. Acide phosphorique à 85 pour 100 ( $\rho_{20} = 1,71$  g/ml).

3.2. Solution d'acide phosphorique obtenue par dilution de 8 ml d'acide phosphorique à 100 ml avec de l'eau.

3.3. Acide nitrique ( $\rho_{20} = 1,38$  g/ml).

3.4. Solution de plomb à 1 g par litre.

Utiliser une solution standard du commerce. Cette solution peut être obtenue par dissolution de 1,600 g de nitrate de plomb II,  $Pb(NO_3)_2$ , dans de l'acide nitrique dilué à 1 % (v/v) et ajustage du volume à 1 litre. Conserver la solution dans un flacon de verre borosilicaté à bouchon rodé.

## 4. MODE OPÉRATOIRE

4.1. **Préparation de l'échantillon**

Diluer le vin au 1/2 ou au 1/3 avec la solution d'acide phosphorique (3.2) selon la concentration présumée en plomb.

4.2. **Préparation des solutions de la gamme d'étalonnage**

À partir de la solution de référence de plomb, préparer par dilutions successives avec de l'eau bidistillée des solutions titrant respectivement 25 - 50 - 100 - 150 microgrammes de plomb par litre.

4.3. **Détermination**4.3.1. *Programme du four (proposé à titre indicatif)*

Séchage à 100 °C pendant 30 secondes.

Minéralisation à 900 °C pendant 20 secondes.

Atomisation à 2 250 °C pendant 2 à 3 secondes

Débit d'azote (gaz de balayage): 6 litres par minute.

*Remarque:*

En fin d'opération, montée de température jusqu'à 2 700 °C pour purger le four.

4.3.2. *Mesures*

Sélectionner la longueur d'onde 217 nm. Régler le zéro de l'échelle des absorbances avec de l'eau bidistillée. Injecter dans le four programmé, à l'aide d'une micropipette, 3 fois 5 µl de chacune des solutions de la gamme d'étalonnage et de la solution de l'échantillon à analyser. Enregistrer les absorbances mesurées. Calculer la valeur moyenne de l'absorbance à partir des résultats relatifs aux 3 injections.

**▼B**

## 5. EXPRESSION DES RÉSULTATS

5.1. **Calcul**

Tracer la courbe des variations de l'absorbance en fonction des concentrations en plomb des solutions de la gamme d'étalonnage. La variation est linéaire. Reporter la valeur moyenne de l'absorbance de la solution de l'échantillon sur la droite d'étalonnage, en déduire la concentration C en plomb. La concentration en plomb exprimée en microgrammes par litre de vin est égale à:

$$C \times F$$

F = facteur de dilution.



## ▼B

## 36. FLUORURES

## 1. PRINCIPE

La teneur en fluorures du vin, additionné d'une solution tampon, est déterminée à l'aide d'une électrode spécifique à membrane solide. Le potentiel mesuré est proportionnel au logarithme de l'activité des ions fluorures dans le milieu étudié conformément à la relation:

$$E = E_0 \pm S \log a_F$$

$E$  = potentiel de l'électrode ionique spécifique mesuré par rapport à l'électrode de référence dans le milieu étudié

$E_0$  = potentiel-étalon de la cellule de mesure

$S$  = pente de l'électrode ionique spécifique (facteur de Nernst). À 25 °C la pente théorique est égale à 59,2 mV

$a_F$  = activité des ions fluorures dans la solution étudiée

## 2. APPAREILLAGE

- 2.1. Électrode à membrane cristalline spécifique de l'ion fluor.
- 2.2. Électrode de référence (Calomel ou Ag/AgCl).
- 2.3. Millivoltmètre (pH mètre avec une graduation en millivolts étalée), précision 0,1 mV.
- 2.4. Agitateur magnétique avec plaque isolante pour protéger la solution analysée de la chaleur du moteur. Cylindre agitateur recouvert de plastique (polyéthylène ou matériau équivalent).
- 2.5. Bêchers en plastique, de 30 ou de 50 ml, et flacons de plastique (polyéthylène ou matériau équivalent).
- 2.6. Pipettes de précision (pipettes graduées en microlitres ou toutes autres pipettes équivalentes).

## 3. RÉACTIFS

## 3.1. Solution-mère de fluorure à 1 g/l.

Utiliser une solution standard du commerce à 1 g/l. Cette solution peut être préparée en dissolvant 2,210 g de fluorure de sodium (séché 3 à 4 heures à 105 °C) dans l'eau distillée. Porter au trait de jauge de 1 000 ml avec de l'eau distillée. La solution est conservée dans un flacon de plastique.

## 3.2. Des solutions étalons de fluorure de concentration appropriée sont préparées par dilution de la solution-mère avec de l'eau distillée et conservées dans des flacons de plastique. Les solutions étalons dont la teneur en fluorure est de l'ordre du mg/l doivent être préparées extemporanément.

## 3.3. Solution tampon pH 5,5.

10 g d'acide cyclohexane-diamine (1,2)-tétracétique (CDTA) sont additionnés d'eau (50 ml environ); ajouter une solution contenant 58 g de chlorure de sodium et 29,4 g de citrate trisodique dans 700 ml d'eau distillée. Le CDTA est dissous en ajoutant une solution d'hydroxyde de sodium à 32 pour 100 (m/v) (environ 6 ml).

Ajouter enfin 57 ml d'acide acétique ( $\rho_{20} = 1,05$  g/ml) et amener le pH à 5,5 avec la solution d'hydroxyde de sodium à 32 pour 100 (environ 45 ml). Laisser refroidir et porter au litre avec de l'eau distillée.

## 4. MODE OPÉRATOIRE

*Remarque préliminaire:*

Il faut prendre garde à ce que toutes les solutions conservent durant la mesure une température de  $25 \pm 1$  °C. (Un écart de  $\pm 1$  °C provoque une modification d'environ  $\pm 0,2$  mV.)

## 4.1. Méthode directe

Dans un bêcher de plastique introduire un volume défini de vin et un égal volume de solution tampon.

La solution est agitée d'une façon égale et modérée. Lorsque l'appareil indicateur est stable (la stabilité est obtenue lorsque le potentiel varie

▼ B

au maximum de 0,2-0,3 mV/3 minutes), lire la valeur du potentiel en mV.

4.2. **Méthode des ajouts connus**

Sans interrompre l'agitation, le milieu étudié est additionné à l'aide d'une pipette de précision d'un volume connu de solution étalon de fluorure. Lorsque l'appareil indicateur est stable, lire la valeur du potentiel en mV.

Choisir la concentration de la solution étalon ajoutée de la façon suivante:

- a) doubler ou tripler la concentration en fluorure du milieu étudié;
- b) le volume du milieu étudié doit rester pratiquement constant (augmentation du volume  $\leq 1$  %).

La condition b) simplifie les calculs (voir 5).

La concentration approximative du milieu étudié est lue sur une droite d'étalonnage qui est tracée en coordonnées semi-logarithmiques avec des solutions étalons titrant 0,1 - 0,2 - 0,5 - 1,0 - 2,0 mg/l de fluorures.

*Remarque:*

Si la concentration approximative du milieu étudié dépasse le domaine de concentration des solutions-étalons, diluer l'échantillon.

Exemple:

Soit 0,25 mg/l  $F^-$ , la teneur approximative du milieu étudié (volume 20 ml); la concentration doit être majorée de 0,25 mg/l. Pour cela ajouter par exemple à la solution, avec la pipette de précision appropriée, 0,20 ml (= 1 %) d'une solution-étalon contenant 25 mg/l  $F^-$  ou 0,050 ml d'une solution-étalon à 100 mg/l  $F^-$ .

5. **CALCULS**

La teneur en fluorures du milieu étudié, exprimée en milligrammes par litre, s'obtient à l'aide de la formule suivante:

$$C_F = \frac{V_a \times C_a}{V_o} \times \frac{1}{(\text{antilog } \Delta E/S) - 1}$$

$C_F$  = concentration en fluorure du milieu étudié (mg/l)

$C_a$  = concentration du fluorure ajouté (mg/l) dans le milieu étudié ( $V_a$ )

$V_o$  = volume initial du milieu étudié avant la surcharge (ml)

$V_a$  = volume de la solution surchargée (ml)

$\Delta E$  = différence entre les potentiels  $E_1$  et  $E_2$  obtenus en 4.1 et 4.2 (mV)

$S$  = pente de l'électrode dans la solution étudiée

Si  $V_a$  est très voisin de  $V_o$  (voir 4.2), la formule se simplifie et devient:

$$C_F = C_a \times \frac{1}{(\text{antilog } \Delta E/S) - 1}$$

La valeur obtenue doit être multipliée par le facteur de dilution provenant de l'addition du tampon.

▼B

## 37. DIOXYDE DE CARBONE

▼M13

## 1. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

▼B

## 1.1. Méthode de référence

1.1.1. *Cas des vins tranquilles* (surpression de  $\text{CO}_2 \leq 0,5 \cdot 10^5 \text{ Pa}$ ) <sup>(1)</sup>

Le volume de vin prélevé sur l'échantillon amené au voisinage de 0 °C est versé dans un excès suffisant de solution titrée d'hydroxyde de sodium pour avoir un pH de 10-11. On titre avec une solution acide en présence d'anhydrase carbonique. La teneur en dioxyde de carbone est déduite du volume versé pour passer de pH 8,6 (forme carbonate acide) à 4,0 (acide carbonique). Un titrage témoin effectué dans les mêmes conditions sur le vin décarboniqué permet de tenir compte du volume de solution d'hydroxyde de sodium consommé par les acides du vin.

1.1.2. *Cas des vins pétillants et des vins mousseux*

L'échantillon de vin à analyser est amené au voisinage de son point de congélation. Après soutirage d'un certain volume destiné à servir de témoin après décarbonication, on alcalinise le reste de la bouteille pour fixer tout le  $\text{CO}_2$  sous forme de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . On titre avec une solution acide en présence d'anhydrase carbonique. La teneur en dioxyde de carbone est déduite du volume de solution acide versée pour passer de pH 8,6 (forme carbonate acide) à pH 4,0 (acide carbonique). Un titrage témoin effectué dans les mêmes conditions sur le vin décarboniqué permet de tenir compte du volume de solution d'hydroxyde de sodium consommé par les acides du vin.

▼M13▼B

## 2. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

2.1. Cas des vins tranquilles (surpression de dioxyde de carbone  $\leq 0,5 \cdot 10^5 \text{ Pa}$ ).2.1.1. *Appareillage*

## 2.1.1.1. Agitateur magnétique.

## 2.1.1.2. pH mètre.

2.1.2. *Réactifs*

## 2.1.2.1. Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), 0,1 M.

2.1.2.2. Solution d'acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), 0,05 M.

## 2.1.2.3. Solution d'anhydrase carbonique à 1 gramme par litre.

2.1.3. *Mode opératoire*

Refroidir l'échantillon de vin aux environs de 0 °C ainsi que la pipette de 10 ml servant à son prélèvement.

Prélever dans un vase cylindrique de 100 ml, 25 ml de solution d'hydroxyde de sodium (2.1.2.1); ajouter 2 gouttes de solution aqueuse d'anhydrase carbonique (2.1.2.3). Y introduire 10 ml de vin au moyen de la pipette refroidie à 0 °C.

Placer le vase cylindrique sur l'agitateur magnétique, mettre en place l'électrode et le barreau magnétique et procéder à une agitation modérée.

Lorsque le liquide est revenu à la température ambiante, verser par affusion lente la solution d'acide sulfurique (2.1.2.2) jusqu'à pH 8,6.

Continuer les affusions d'acide sulfurique (2.1.2.2) jusqu'à pH 4,0. Soit n ml le volume utilisé entre pH 8,6 et 4,0.

Procéder par ailleurs à l'élimination du  $\text{CO}_2$  sur 50 ml environ de l'échantillon de vin par agitation sous vide pendant 3 minutes, en réchauffant la fiole dans un bain d'eau à 25 °C environ.

<sup>(1)</sup>  $10^5$  pascal (Pa) = 1 bar.

**▼B**

Appliquer sur 10 ml de vin décarboniqué le mode opératoire ci-dessus: soit  $n'$  ml le volume utilisé.

2.1.4. *Expression des résultats*

1 ml de solution titrée d'hydroxyde de sodium 0,1 M correspond à 4,4 mg de  $\text{CO}_2$ .

La quantité de  $\text{CO}_2$  en grammes par litre de vin est donnée

$0,44 (n - n')$

Elle est exprimée avec 2 décimales.

*Remarque:*

Dans le cas des vins peu chargés en  $\text{CO}_2$  ( $\text{CO}_2 < 1 \text{ g/l}$ ), l'addition d'anhydrase carbonique pour catalyser l'hydratation du  $\text{CO}_2$  n'est pas nécessaire.

2.2. **Cas des vins pétillants et des vins mousseux**2.2.1. *Appareillage*

## 2.2.1.1. Agitateur magnétique.

## 2.2.1.2. pH mètre.

2.2.2. *Réactifs*

## 2.2.2.1. Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), à 50 pour 100 (m/m).

2.2.2.2. Solution d'acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), 0,05 M.

## 2.2.2.3. Solution d'anhydrase carbonique à 1 gramme par litre.

2.2.3. *Mode opératoire*

Sur la bouteille de vin à analyser, tracer un repère au niveau du remplissage et la refroidir jusqu'à début de congélation.

Laisser la bouteille se réchauffer légèrement, tout en l'agitant, jusqu'à disparition des cristaux de glace.

Déboucher rapidement et mettre de côté, dans une éprouvette graduée, 45 à 50 ml de vin qui serviront au dosage témoin. Le volume exact de ce prélèvement,  $v$  ml, sera déterminé par lecture sur l'éprouvette après son retour à la température ambiante.

Ajouter, sitôt le prélèvement effectué, 20 ml de solution d'hydroxyde de sodium (2.2.2.1) dans la bouteille pour une contenance de 750 ml.

Attendre que le vin soit revenu à la température ambiante.

Placer dans un vase cylindrique de 100 ml, 30 ml d'eau distillée bouillie et 2 gouttes de la solution d'anhydrase carbonique (2.2.2.3). Y ajouter 10 ml de vin alcalinisé.

Placer le vase sur l'agitation magnétique, mettre en place l'électrode et le barreau magnétique et procéder à une agitation modérée.

Verser par affusion lente la solution d'acide sulfurique (2.2.2.2) jusqu'à pH 8,6.

Continuer les affusions d'acide sulfurique (2.2.2.2) jusqu'à pH 4,0. Soit  $n$  ml le volume utilisé entre pH 8,6 et 4,0.

Procéder par ailleurs à l'élimination du  $\text{CO}_2$  sur les  $v$  ml de vin, mis à côté pour le dosage témoin, par agitation sous vide pendant 3 minutes, en réchauffant la fiole dans un bain d'eau à 25 °C environ. Prélever 10 ml de vin décarboniqué dans 30 ml d'eau distillée bouillie, ajouter 2 à 3 gouttes de solution d'hydroxyde de sodium (2.2.2.1) pour amener le pH à 10-11. Appliquer ensuite le mode opératoire ci-dessus. Soit  $n'$  ml, le volume d'acide sulfurique 0,05 M versé.

2.2.4. *Expression des résultats*

1 ml de solution d'acide sulfurique 0,05 M correspond à 4,4 mg de  $\text{CO}_2$ .

Vider la bouteille de son vin alcalinisé et déterminer à 1 ml près le volume initial du vin en la remplissant avec de l'eau jusqu'au trait de repère, soit  $V$  ml.

**▼ B**

La quantité de CO<sub>2</sub> en grammes par litre de vin est donnée par:

$$\cdot \frac{V - v + 20}{V - v}$$

Elle est exprimée avec 2 décimales.

2.3. **► M13 Calcul de la surpression théorique ◀**

La surpression à 20 °C, P<sub>aph<sub>20</sub></sub>, exprimée en pascals, est donnée par la formule:

$$P_{aph_{20}} = \frac{Q}{1,951 \times 10^{-5} (0,86 - 0,01 A)(1 - 0,00144 S)} - Patm$$

avec:

Q: teneur en grammes de CO<sub>2</sub> par litre de vin

A: titre alcoométrique du vin à 20 °C

S: teneur en sucres du vin en grammes par litre

Patm: pression atmosphérique, exprimée en pascals

**▼ M8**

\_\_\_\_\_

**▼ M13**

\_\_\_\_\_

▼ **M13****37 bis MESURE DE LA SURPRESSION DES VINS MOUSSEUX ET PÉTILLANTS****1. PRINCIPE**

Après stabilisation thermique et agitation de la bouteille, la surpression est mesurée à l'aide d'un aphromètre (jauge de pression). Elle est exprimée en pascals (Pa) (méthode de type I). La méthode est également applicable aux vins mousseux gazéifiés et aux vins pétillants gazéifiés.

**2. APPAREILLAGE**

L'appareil permettant la mesure de la surpression dans les bouteilles de vins mousseux et pétillants s'appelle un aphromètre. Il se présente différemment suivant le bouchage de la bouteille (capsule métallique, capsule couronne, bouchon liège ou plastique).

**2.1. Pour les bouteilles munies d'une capsule**

Il est constitué de trois parties (figure 1):

- La partie supérieure (ou vis porte-aiguille) est composée du manomètre, d'une bague de serrage manuel, d'une vis sans fin qui coulisse dans la partie moyenne et d'une aiguille qui traverse la capsule. L'aiguille possède un trou latéral qui communique la pression au manomètre. Un joint assure l'étanchéité de l'ensemble sur la capsule de la bouteille.
- La partie moyenne (ou écrou) sert à centrer la partie supérieure. Elle se visse dans la partie inférieure de manière à maintenir fortement l'ensemble sur la bouteille.
- La partie inférieure (ou étrier) est munie d'un ergot qui se glisse sous la bague de la bouteille, de manière à retenir l'ensemble. Il existe des bagues adaptées à chaque type de bouteille.

**2.2. Pour les bouteilles munies d'un bouchon**

Il est constitué de deux parties (figure 2):

- La partie supérieure est identique à l'appareil précédent; toutefois, l'aiguille est plus longue. Cette dernière est formée d'un long tube creux au bout duquel est placée une pointe qui aidera à traverser le bouchon. Cette pointe est amovible, elle tombe dans le vin une fois le bouchon traversé.
- La partie inférieure est formée par l'écrou et d'une base venant reposer sur le bouchon. Celle-ci est munie de quatre vis de serrage servant à maintenir l'ensemble sur le bouchon.

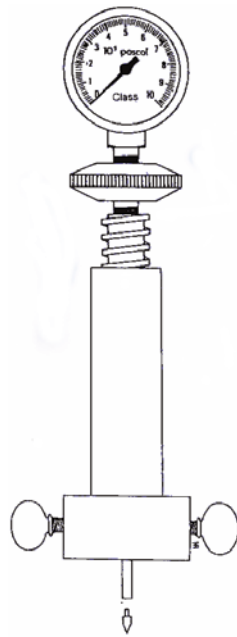
▼ **M13**

figure 2: Aphromètre pour bouchons

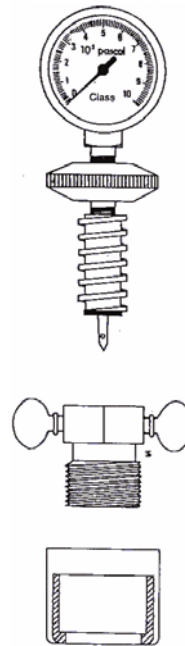


figure 1: Aphromètre pour capsules

Remarques concernant les manomètres équipant ces deux types d'appareil:

- Ils peuvent être soit mécaniques à tube de Bourdon, soit numériques à capteur piézoélectrique. Dans le premier cas, le tube de Bourdon sera obligatoirement en acier inoxydable.
- Ils sont gradués en pascals (abréviation Pa). Pour les vins mousseux, il est plus pratique d'utiliser le  $10^5$  pascals ( $10^5$  Pa) ou le kilopascal (kPa) comme unité.
- Ils peuvent être de différentes classes. La classe d'un manomètre est la précision de la lecture par rapport à la pleine échelle exprimée en pourcentage (par exemple manomètre 1 000 kPa classe 1 signifie pression d'utilisation maximale 1 000 kPa, lecture à  $\pm 10$  kPa). La classe 1 est recommandée pour des mesures précises.

### 3. MODE OPÉRATOIRE

La mesure doit s'effectuer sur des bouteilles dont la température est stabilisée depuis au moins vingt-quatre heures. Après avoir percé la couronne, le bouchon de liège ou de plastique, la bouteille doit alors être fortement agitée jusqu'à pression constante, pour effectuer la lecture.

#### 3.1. Cas des bouteilles capsulées

Glisser l'ergot de l'étrier sous la bague de la bouteille. Visser l'écrou jusqu'à ce que l'ensemble soit serré sur la bouteille. La partie supérieure est alors vissée dans l'écrou. Pour éviter des pertes de gaz, le percement de la capsule doit s'effectuer le plus rapidement possible, pour amener le joint au contact de la capsule. La bouteille doit être ensuite fortement agitée jusqu'à pression constante pour effectuer la lecture.

#### 3.2. Cas des bouteilles bouchées

Mettre une pointe en place au bout de l'aiguille. Positionner l'ensemble du montage sur le bouchon. Serrer les quatre vis sur le bouchon. Visser la partie supérieure (l'aiguille traverse alors le bouchon). La pointe doit tomber dans la bouteille pour que la pression puisse se transmettre au manomètre. Effectuer la lecture après agitation de la bouteille jusqu'à pression constante. Récupérer la pointe après lecture.

▼ **M13**

## 4. EXPRESSION DES RÉSULTATS

La surpression à 20 °C ( $P_{ph_{20}}$ ) est exprimée en pascals (Pa) ou en kilopascals (kPa). Elle doit être en concordance avec la précision du manomètre (par exemple  $6,3 \cdot 10^5$  Pa ou 630 kPa et non  $6,33 \cdot 10^5$  Pa ou 633 kPa pour un manomètre 1 000 kPa pleine échelle, de classe 1).

Quand la température de mesure est différente de 20 °C, il convient d'apporter une correction en multipliant la pression mesurée par le coefficient approprié (voir tableau 1).

Tableau 1

**Rapport de la surpression  $P_{ph_{20}}$  d'un vin pétillant ou mousseux à 20 °C à la surpression  $P_{ph_t}$  à une température t**

| °C |      |
|----|------|
| 0  | 1,85 |
| 1  | 1,80 |
| 2  | 1,74 |
| 3  | 1,68 |
| 4  | 1,64 |
| 5  | 1,59 |
| 6  | 1,54 |
| 7  | 1,50 |
| 8  | 1,45 |
| 9  | 1,40 |
| 10 | 1,36 |
| 11 | 1,32 |
| 12 | 1,28 |
| 13 | 1,24 |
| 14 | 1,20 |
| 15 | 1,16 |
| 16 | 1,13 |
| 17 | 1,09 |
| 18 | 1,06 |
| 19 | 1,03 |
| 20 | 1,00 |
| 21 | 0,97 |
| 22 | 0,95 |
| 23 | 0,93 |
| 24 | 0,91 |
| 25 | 0,88 |

## 5. CONTRÔLE DES RÉSULTATS

Méthode de détermination directe de paramètres physiques (méthode critère de type I)

Vérification des aphromètres

Les aphromètres doivent être vérifiés régulièrement (au moins une fois par an).

La vérification se fait à l'aide d'un banc d'étalonnage. Il permet de comparer le manomètre à tester à un manomètre de référence, de classe supérieure, raccordé aux étalons nationaux, monté en parallèle. Le contrôle est utilisé pour confronter les valeurs indiquées par les deux appareils pour des pressions croissantes puis décroissantes. S'il y a une différence entre les deux, une vis de réglage permet d'effectuer les corrections nécessaires.



▼ M13

Les laboratoires et les organismes autorisés sont tous équipés de tels bancs d'étalonnage; ils sont également disponibles auprès des constructeurs de manomètres.

▼ **M7****38. DÉRIVÉS CYANÉS**

(*Attention*: Respecter les consignes de sécurité pour les manipulations des produits chimiques, pour la chloramine T, la pyridine, le cyanure de potassium, l'acide chlorhydrique et l'acide phosphorique. Se débarrasser des produits utilisés de manière appropriée compatible avec les règles et les règlements écologiques applicables. Précaution avec l'acide cyanhydrique libéré lors de la distillation du vin acidifié).

**1. PRINCIPE**

L'acide cyanhydrique libre et total du vin est libéré par hydrolyse acide et séparé par distillation. Après réaction avec la chloramine T et la pyridine, le dialdéhyde glutaconique formé est dosé par colorimétrie grâce à la coloration bleue qu'il donne avec l'acide diméthyl-1,3 barbiturique.

**2. APPAREILLAGE****2.1. Appareil de distillation**

Utiliser l'appareil de distillation décrit pour la détermination du titre alcoométrique volumique du vin.

2.2. Ballon de 500 ml à rodage normalisé.

2.3. Bain d'eau; thermostaté à 20 °C.

2.4. Spectrophotomètre permettant les mesures d'absorbance à la longueur d'onde de 590 nm.

2.5. Cuves de verre ou cuves à usage unique de 20 mm de trajet optique.

**3. RÉACTIFS**

3.1. Acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ) à 25 % (m/v)

3.2. Solution de chloramine T ( $C_7H_7$  CINNa  $O_2S$ ,  $3H_2O$ ) 3 % (m/v)

3.3. Solution d'acide 1,3-diméthylbarbiturique: dissoudre 3,658 g de l'acide 1,3-diméthylbarbiturique ( $C_6H_8N_2O_3$ ) dans 15 ml de pyridine et 3 ml d'acide chlorhydrique ( $\rho_{20} = 1,19$  g/ml) et compléter à 50 ml avec de l'eau distillée.

3.4. Cyanure de potassium (KCN)

3.5. Solution d'iodure de potassium (KI) 10 % (m/v)

3.6. Solution de nitrate d'argent ( $AgNO_3$ ), 0,1 M

**4. MODE OPÉRATOIRE****4.1. Distillation**

Dans le ballon de 500 ml (2.2) placer 25 ml de vin, 50 ml d'eau distillée, 1 ml d'acide phosphorique (3.1) et quelques perles de verre. Mettre immédiatement en place le ballon sur l'appareil à distiller. Amener le distillat au moyen d'un tube effilé dans une fiole jaugée de 50 ml contenant 10 ml d'eau. La fiole jaugée est immergée dans de l'eau glacée. Recueillir 30-35 ml de distillat (soit environ 45 ml de liquide total dans la fiole jaugée).

Laver le tube effilé du réfrigérant avec quelques millilitres d'eau distillée, porter à 20 °C le distillat et amener au trait de jauge avec de l'eau distillée.

**4.2. Mesure**

Placer 25 ml de distillat dans une fiole conique de 50 ml munie d'un bouchon rodé, ajouter 1 ml de solution de chloramine T (3.2) et boucher hermétiquement. Après 60 secondes exactement ajouter 3 ml de solution d'acide diméthyl-1,3 barbiturique (3.3), boucher hermétiquement et laisser au repos pendant 10 minutes. Ensuite mesurer l'absorbance par rapport au témoin (25 ml d'eau distillée au lieu de 25 ml de distillat) à la longueur d'onde 590 nm dans les cuves de 20 mm de trajet optique.

▼ **M7**

## 5. ÉTABLISSEMENT DE LA COURBE D'ÉTALONNAGE

5.1. **Titrage argentimétrique du cyanure de potassium**

Dans une fiole jaugée de 300 ml dissoudre environ 0,2 g de KCN (3.4) exactement pesé dans 100 ml d'eau distillée. Ajouter 0,2 ml de solution d'iodure de potassium (3.5) et titrer avec la solution de nitrate d'argent 0,1 M (3.6) jusqu'à obtention d'une coloration jaunâtre stable.

1 ml de solution 0,1 M de nitrate d'argent correspondant à 13,2 mg de KCN, calculer le titre de l'échantillon de KCN.

5.2. **Courbe d'étalon**5.2.1. *Préparation des solutions étalons*

Connaissant le titre déterminé selon 5.1 du KCN, préparer une solution étalon contenant 30 mg/l d'acide cyanhydrique (30 mg HCN  $\cong$  72,3 mg KCN). Diluer cette solution au 1/10.

Introduire 1,0- 2,0- 3,0- 4,0- et 5,0 ml de la solution étalon diluée dans des fioles jaugées de 100 ml et amener au trait de jauge avec de l'eau distillée. Les solutions préparées titrent respectivement 30-60-90-120 et 150  $\mu$ g/l d'acide cyanhydrique.

5.2.2. *Dosage*

Prélever 25 ml des solutions ainsi obtenues et continuer comme il est indiqué ci-dessus en 4.1 et 4.2.

Les valeurs obtenues pour les absorbances avec ces solutions étalons reportées en fonction des teneurs en acide cyanhydrique correspondantes, s'alignent sur une droite passant par l'origine.

## 6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

L'acide cyanhydrique est exprimé en microgrammes par litre ( $\mu$ g/l) sans décimale.

6.1. **Calcul**

Lire la teneur en acide cyanhydrique sur la courbe d'étalonnage. Si une dilution a été effectuée, multiplier le résultat par le facteur de dilution.

*Répétabilité (r) et reproductibilité (R)*

Vin blanc = r = 3,1  $\mu$ g/l soit environ 6 %  $\cdot$   $x_i$

R = 12  $\mu$ g/l soit environ 25 %  $\cdot$   $x_i$

Vin rouge = r = 6,4  $\mu$ g/l soit environ 8 %  $\cdot$   $x_i$

R = 23  $\mu$ g/l soit environ 29 %  $\cdot$   $x_i$

$x_i$  = concentration moyenne de HCN dans le vin

$x_i$  = 48,4  $\mu$ g/l pour le vin blanc

$x_i$  = 80,5  $\mu$ g/l pour le vin rouge.

## ▼B

## 39. ISOTHIOCYANATE D'ALLYLE

## 1. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

L'isothiocyanate 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 absolu.

2.2. Solution *standard*: solution dans l'alcool absolu d'isothiocyanate d'allyle contenant 15 mg/l de principe actif.2.3. Mélange réfrigérant constitué d'éthanol et de neige carbonique (température  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

## 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 ( $\lambda = 394\text{ nm}$ ) ou tout autre détecteur adapté à cette mesure.

## 3.5. Colonne de chromatographie en acier inoxydable, 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  $\mu\text{l}$ .

## 4. MODE OPÉRATOIRE

Prélever 2 l de vin et les placer dans le ballon de distillation. Introduire quelques millilitres d'éthanol (2.1) 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  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  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:  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,

— température de la colonne:  $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,

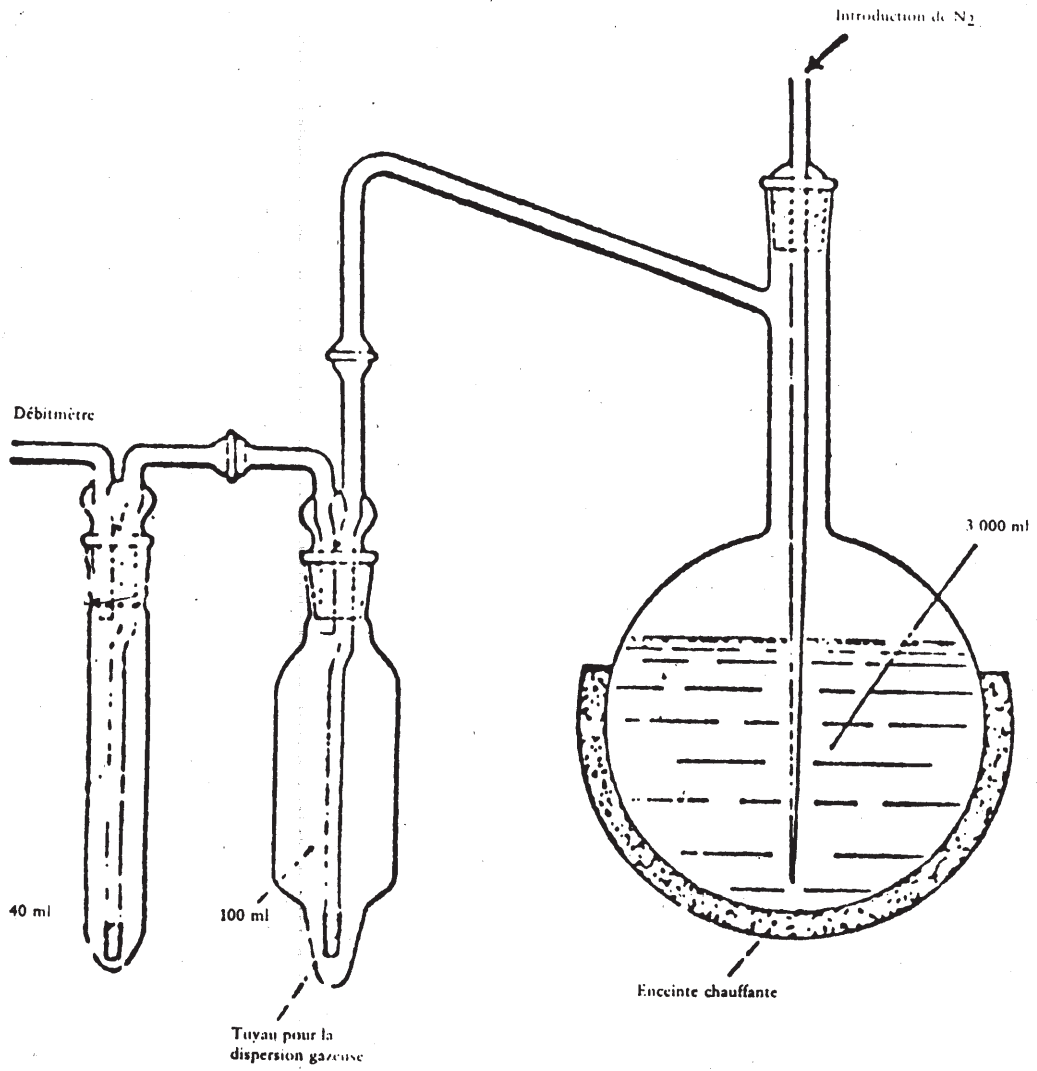
— gaz vecteur hélium à un débit de 20 ml par minute.

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 de 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.

▼B



Appareil de distillation sous courant d'azote



#### 40. CARACTÉRISTIQUES CHROMATIQUES

##### 1. CAS DES VINS ET DES MOÛTS

###### 1.1. Définitions

On appelle caractéristiques chromatiques d'un vin sa luminosité et sa chromaticité.

La luminosité correspond à la transmittance. Elle varie en raison inverse de l'intensité colorante du vin.

La chromaticité correspond à la longueur d'onde dominante (qui caractérise la nuance) et à la pureté.

Conventionnellement et pour des raisons de commodité, les caractéristiques chromatiques des vins rouges et rosés sont énoncées par l'intensité colorante et la nuance, suivant un procédé adopté comme méthode usuelle.

###### 1.2. Principe des méthodes

###### 1.2.1. Méthode de référence

Méthode spectrophotométrique qui permet le calcul des valeurs tristimulaires et des coefficients trichromatiques nécessaires à la spécification de la couleur dans les termes de la Commission internationale de l'éclairage (CIE).

###### 1.2.2. Méthode usuelle (applicable aux vins rouges et rosés)

Méthode spectrophotométrique selon laquelle les caractéristiques chromatiques sont exprimées conventionnellement comme ci-dessous:

L'intensité est donnée par la somme des absorbances sous 1 cm de trajet optique pour les radiations de longueurs d'onde égales à 420, 520 et 620 nm.

La nuance est exprimée par le rapport de l'absorbance à 420 nm à l'absorbance à 520 nm.

###### 1.3. Méthode de référence

###### 1.3.1. Appareillage

###### 1.3.1.1. Spectrophotomètre permettant d'effectuer les mesures entre 300 et 700 nm.

###### 1.3.1.2. Cuves en verre, disponibles par paires, de trajet optique, b, égal à 0,1 - 0,2 - 0,5 - 1 - 2 et 4 cm.

###### 1.3.2. Mode opératoire

###### 1.3.2.1. Préparation de l'échantillon

Si le vin est trouble, il doit être clarifié par centrifugation.

Les vins jeunes ou mousseux doivent être débarrassés de la plus grande quantité de leur dioxyde de carbone par agitation sous vide.

###### 1.3.2.2. Mesures

Le trajet optique, b, des cuves utilisées doit être choisi de telle manière que l'absorbance mesurée soit comprise entre 0,3 et 0,7.

À titre indicatif, il est conseillé d'utiliser des cuves de 2 cm (ou 4 cm) de trajet optique pour les vins blancs, 1 cm pour les vins rosés et 0,1 cm (ou 0,2 cm) pour les vins rouges.

Effectuer les mesures spectrophotométriques en utilisant comme liquide de référence l'eau distillée placée dans une cuve de même trajet optique, b, pour régler le zéro de l'échelle des absorbances aux longueurs d'onde 445, 495, 550 et 625 nm.

Relever, pour le trajet optique b, les quatre absorbances obtenues pour le vin, soit  $A_{445}$ ,  $A_{495}$ ,  $A_{550}$ ,  $A_{625}$  (avec 3 décimales).

**▼B**1.3.3. *Calculs*

En reportant les valeurs des absorbances pour b cm de trajet optique sur la table I, relever les transmittances (T %) correspondantes, soit:  $T_{445}$ ,  $T_{495}$ ,  $T_{550}$ ,  $T_{625}$ .

— Calculer les valeurs tristimulaires X, Y et Z, exprimées en fractions décimales:

$$X = 0,42 \times T_{625} + 0,35 \times T_{550} + 0,21 \times T_{445}$$

$$Y = 0,20 \times T_{625} + 0,63 \times T_{550} + 0,17 \times T_{495}$$

$$Z = 0,24 \times T_{495} + 0,94 \times T_{445}$$

— Calculer les coordonnées de la couleur x et y:

$$x = \frac{X}{X + Y + Z} \quad y = \frac{Y}{X + Y + Z}$$

1.3.4. *Expression des résultats*

1.3.4.1. La luminosité relative est donnée par la valeur de Y exprimée en pourcentage. (Pour le noir Y % = 0, pour l'incolore Y % = 100).

1.3.4.2. La chromaticité est exprimée par la longueur d'onde dominante et la pureté.

Leur détermination fait appel au diagramme de chromaticité, délimité par le *spectrum locus*, donné sur la figure 1. Il porte le point O qui correspond à la source de lumière blanche utilisée, représentée par l'illuminant standard C de coordonnées  $x_o = 0,3101$  et  $y_o = 0,3163$ , représentant la lumière du jour moyennement clair.

— Longueur d'onde dominante

Placer sur le diagramme le point C de coordonnées x et y. Lorsque le point C est à l'extérieur du triangle AOB, tracer la droite qui joint le point O au point C et la prolonger; elle coupe le *spectrum locus* en un point S qui correspond à la longueur d'onde dominante.

Lorsque le point C est à l'intérieur du triangle AOB, tracer la droite de C vers O; elle coupe le *spectrum locus* en un point qui correspond à la longueur d'onde de la couleur complémentaire du vin. Cette longueur d'onde est exprimée par sa valeur suivie de la lettre C.

— Pureté

Lorsque le point C est extérieur au triangle AOB, la pureté est exprimée en pourcentage par le rapport:

$$100 \cdot \frac{\text{distance du point C au point O}}{\text{distance du point O au point S}}$$

Lorsque le point C est à l'intérieur du triangle AOC, la pureté est exprimée en pourcentage par le rapport:

$$100 \cdot \frac{\text{distance du point C au point O}}{\text{distance du point O au point P}}^{(1)}$$

Le point P étant le point où la droite OC coupe la ligne des pourpres.

La pureté est également donnée directement par les diagrammes de chromaticité connaissant x et y (figures 2, 3, 4, 5 et 6).

1.3.4.3. *Résultats*

La luminosité, la chromaticité (exprimée par la longueur d'onde dominante) et la pureté définissent complètement la couleur d'un vin.

Elles doivent être indiquées sur le bulletin d'analyse avec la valeur du trajet optique sous lequel les mesures ont été effectuées.

**▼M8**

(1) Cette distance doit être comptée dans le sens OC.



TABLEAU I

**Transformation des absorbances en transmittances (T %)***Mode d'utilisation:*

Lire le premier chiffre décimal de la valeur de l'absorbance dans la colonne verticale 1 et le deuxième chiffre décimal sur la ligne horizontale 2.

Relever le chiffre situé à leur intersection. Pour obtenir la transmittance, ce chiffre devra être divisé par 10 si l'absorbance a une valeur inférieure à 1, par 100 si elle est comprise entre 1 et 2, par 1 000 si elle est comprise entre 2 et 3.

*Remarque:*

Le chiffre porté en haut et à droite de chaque case permet de tenir compte par interpolation du troisième chiffre décimal de la valeur de l'absorbance.

|   | 0                  | 1                 | 2                 | 3                 | 4                 | 5                 | 6                 | 7                 | 8                 | 9                 |
|---|--------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| 0 | 1000 <sup>23</sup> | 977 <sup>22</sup> | 955 <sup>22</sup> | 933 <sup>21</sup> | 912 <sup>21</sup> | 891 <sup>20</sup> | 871 <sup>20</sup> | 851 <sup>19</sup> | 832 <sup>19</sup> | 813 <sup>19</sup> |
| 1 | 794 <sup>18</sup>  | 776 <sup>18</sup> | 759 <sup>17</sup> | 741 <sup>17</sup> | 724 <sup>16</sup> | 708 <sup>16</sup> | 692 <sup>16</sup> | 676 <sup>15</sup> | 661 <sup>15</sup> | 646 <sup>15</sup> |
| 2 | 631 <sup>14</sup>  | 617 <sup>14</sup> | 603 <sup>14</sup> | 589 <sup>14</sup> | 575 <sup>13</sup> | 562 <sup>13</sup> | 549 <sup>13</sup> | 537 <sup>12</sup> | 525 <sup>12</sup> | 513 <sup>12</sup> |
| 3 | 501 <sup>11</sup>  | 490 <sup>11</sup> | 479 <sup>11</sup> | 468 <sup>11</sup> | 457 <sup>10</sup> | 447 <sup>9</sup>  | 436 <sup>9</sup>  | 427 <sup>10</sup> | 417 <sup>10</sup> | 407 <sup>9</sup>  |
| 4 | 398 <sup>9</sup>   | 389 <sup>9</sup>  | 380 <sup>9</sup>  | 371 <sup>8</sup>  | 363 <sup>8</sup>  | 355 <sup>8</sup>  | 347 <sup>8</sup>  | 339 <sup>8</sup>  | 331 <sup>7</sup>  | 324 <sup>8</sup>  |
| 5 | 316 <sup>7</sup>   | 309 <sup>7</sup>  | 302 <sup>7</sup>  | 295 <sup>7</sup>  | 288 <sup>6</sup>  | 282 <sup>7</sup>  | 275 <sup>6</sup>  | 269 <sup>6</sup>  | 263 <sup>6</sup>  | 257 <sup>6</sup>  |
| 6 | 251 <sup>6</sup>   | 245 <sup>5</sup>  | 240 <sup>6</sup>  | 234 <sup>5</sup>  | 229 <sup>5</sup>  | 224 <sup>5</sup>  | 219 <sup>5</sup>  | 214 <sup>5</sup>  | 209 <sup>5</sup>  | 204 <sup>5</sup>  |
| 7 | 199 <sup>4</sup>   | 195 <sup>5</sup>  | 190 <sup>4</sup>  | 186 <sup>4</sup>  | 182 <sup>4</sup>  | 178 <sup>4</sup>  | 174 <sup>4</sup>  | 170 <sup>4</sup>  | 166 <sup>4</sup>  | 162 <sup>4</sup>  |
| 8 | 158 <sup>3</sup>   | 155 <sup>4</sup>  | 151 <sup>3</sup>  | 148 <sup>4</sup>  | 144 <sup>4</sup>  | 141 <sup>3</sup>  | 138 <sup>3</sup>  | 135 <sup>3</sup>  | 132 <sup>3</sup>  | 129 <sup>3</sup>  |
| 9 | 126 <sup>3</sup>   | 123 <sup>3</sup>  | 120 <sup>3</sup>  | 117 <sup>2</sup>  | 115 <sup>3</sup>  | 112 <sup>2</sup>  | 110 <sup>3</sup>  | 107 <sup>2</sup>  | 105 <sup>3</sup>  | 102 <sup>2</sup>  |

*Exemple:*

|            |        |       |       |      |
|------------|--------|-------|-------|------|
| Absorbance | 0,47   | 1,47  | 2,47  | 3,47 |
| T %        | 33,9 % | 3,4 % | 0,3 % | 0 %  |

Les transmittances T % seront exprimées à 0,1 % près.



▼B

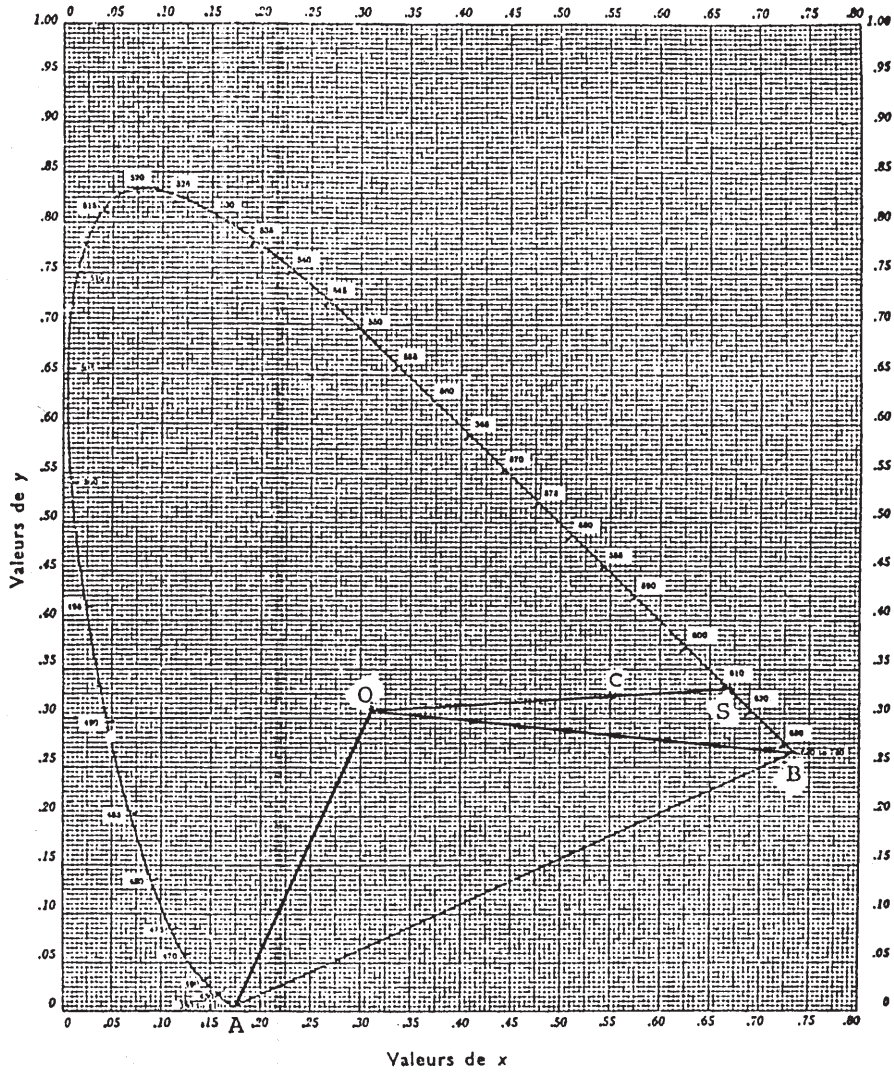


FIGURE 1

Diagramme de la chromaticité représentant le locus de toutes les couleurs du spectre.

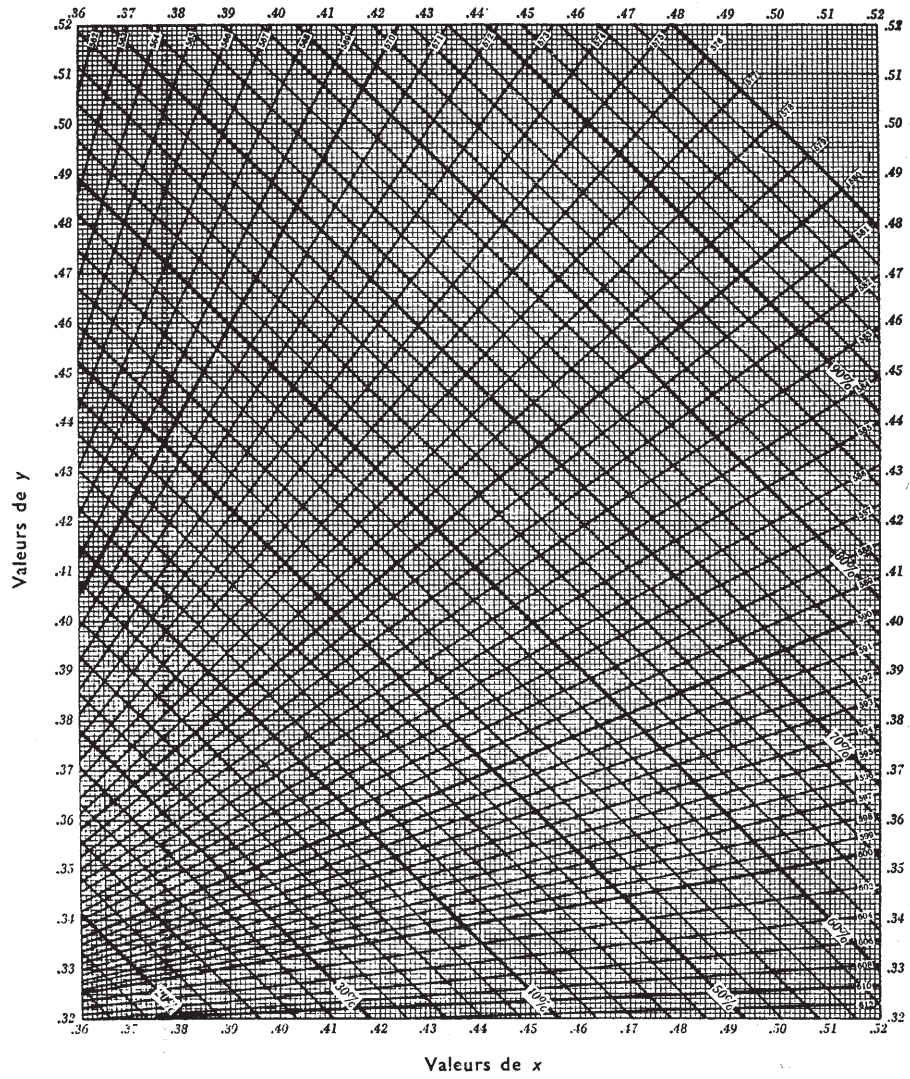
▼B

FIGURE 2

Diagramme de la chromaticité pour les vins rouges francs et les vins rouges tuilés.



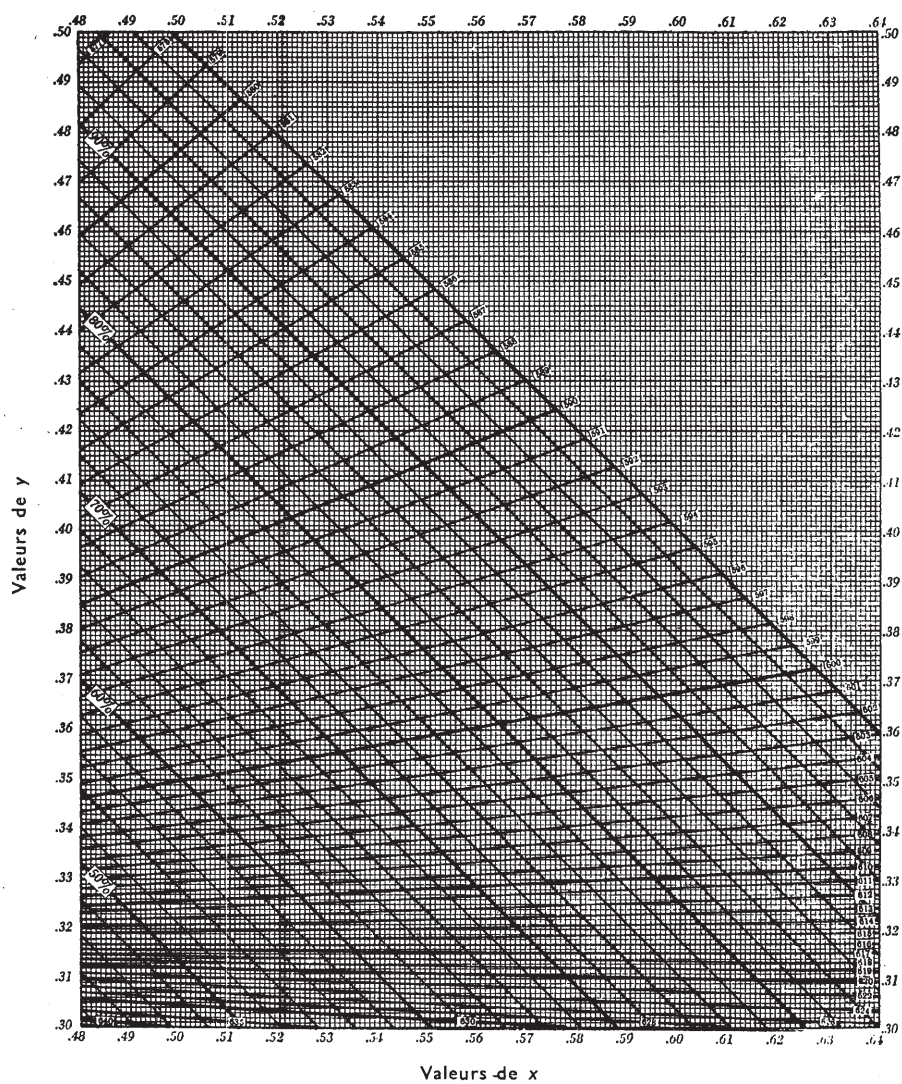
▼B

FIGURE 3

Diagramme de la chromaticité pour les vins rouges francs et les vins rouges tuilés.

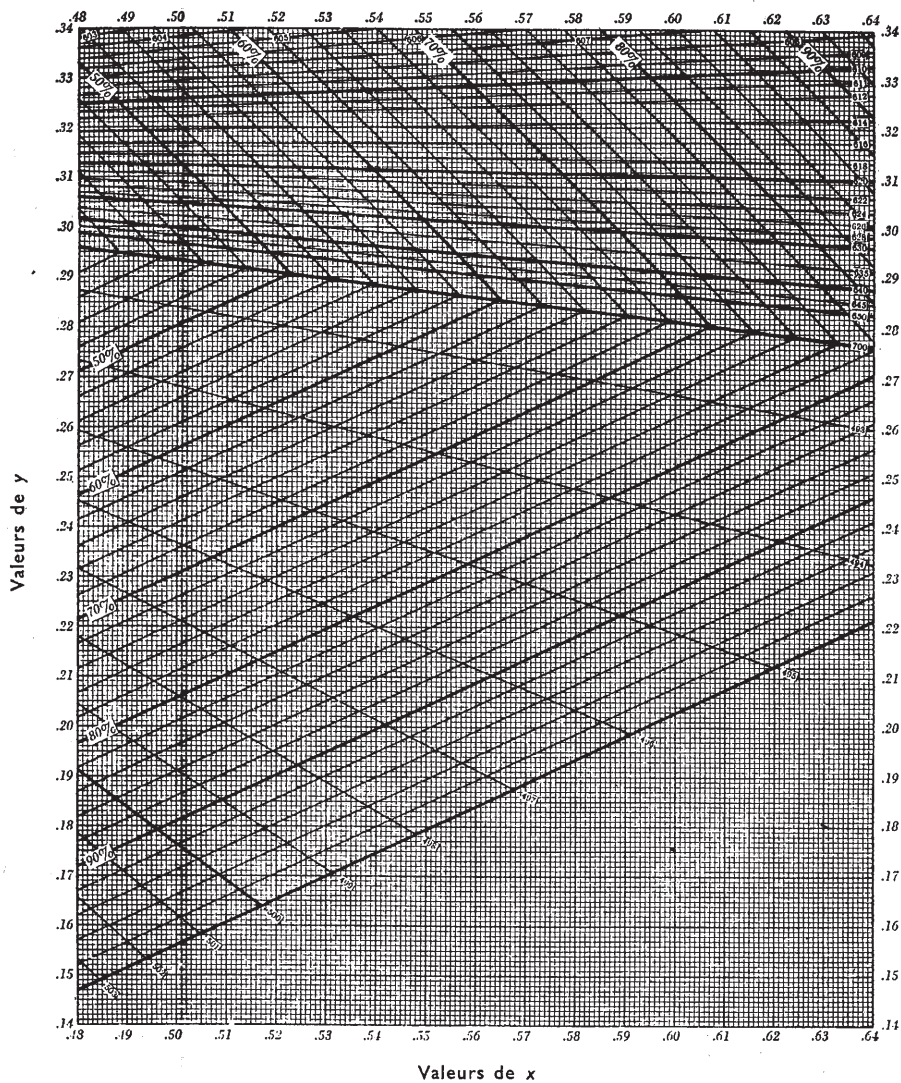
▼B

FIGURE 4

Diagramme de la chromaticité pour les vins rouges francs et les vins rouges pourpres.



▼B

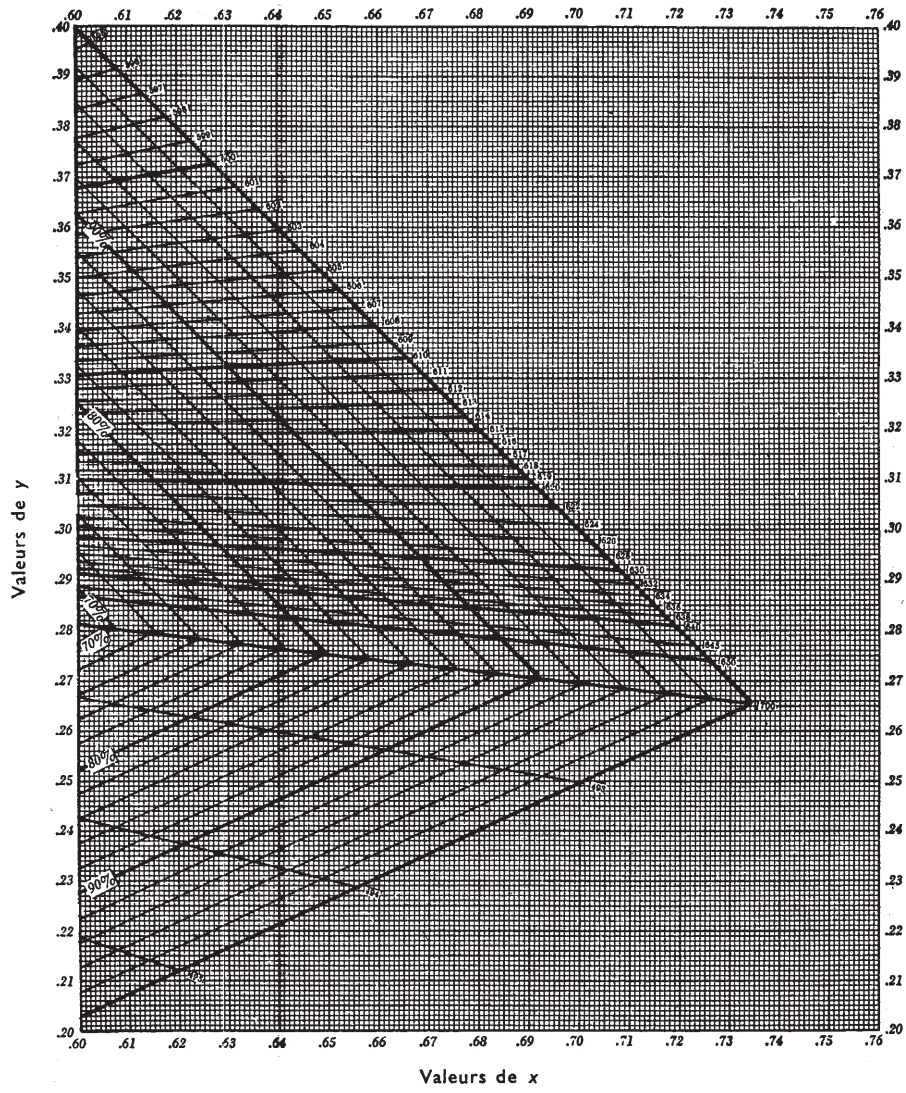


FIGURE 5

Diagramme de la chromaticité pour les vins rouges francs et les vins rouges pourpres.

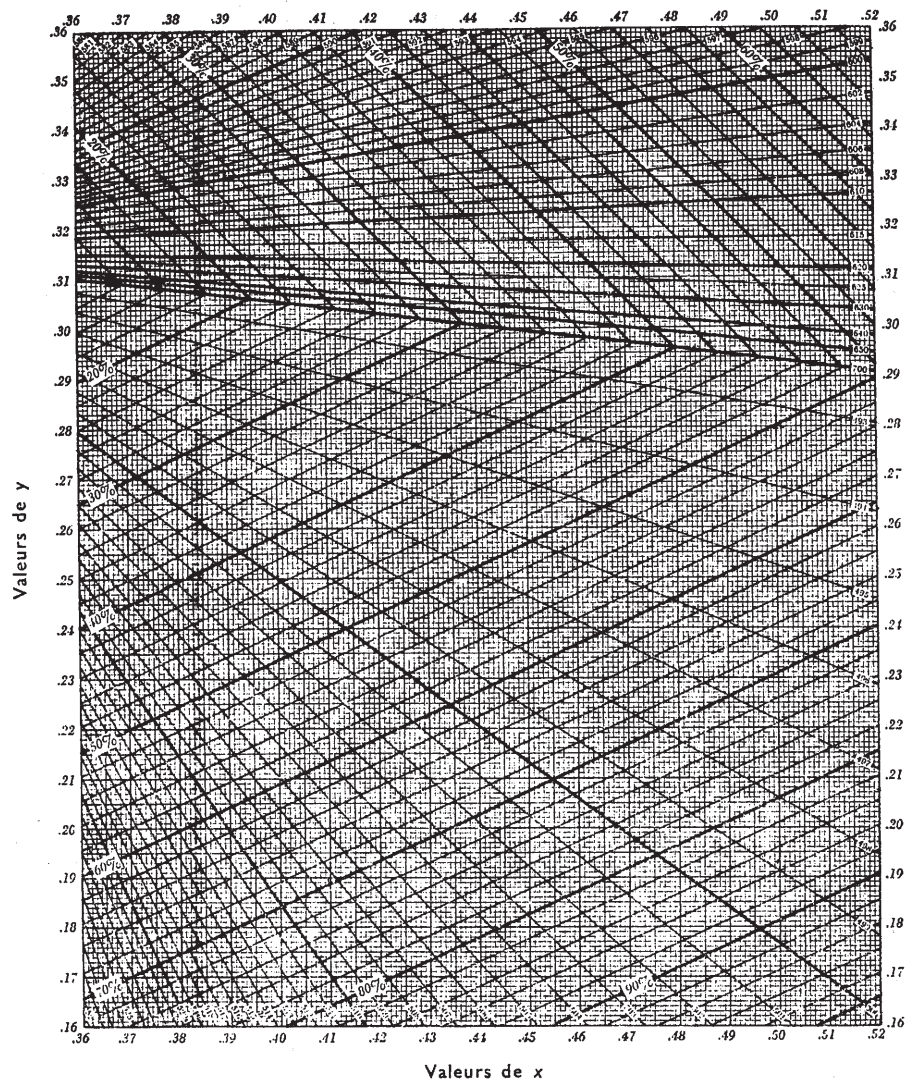
▼B

FIGURE 6

Diagramme de la chromaticité pour les vins rouges tuilés et les vins rouges pourpres.

**▼B**

## 2. CAS DES MOÛTS CONCENTRÉS RECTIFIÉS

2.1. **Principe**

Mesure de l'absorbance, à 425 nm sous 1 cm d'épaisseur, du moût concentré rectifié dont la concentration en sucres a été ramenée à 25 pour 100 (m/m) (25 ° Brix).

2.2. **Appareils**

2.2.1. Spectrophotomètre permettant des mesures entre 300 et 700 nm.

2.2.2. Cuves de verre, de trajet optique égal à 1 cm.

2.2.3. Filtre à membrane de porosité 0,45 µm.

2.3. **Mode opératoire**2.3.1. *Préparation de l'échantillon*

Utiliser la solution dont le titre en sucres est de 25 pour 100 (m/m) (25 ° Brix) préparée comme il est indiqué au chapitre «pH», en 4.1.2. La filtrer sur un filtre à membrane de porosité 0,45 µm.

2.3.2. *Détermination de l'absorbance*

Régler l'absorbance zéro pour la longueur d'onde 425 nm sur une cuve de 1 cm de trajet optique contenant de l'eau distillée.

Relever l'absorbance A à cette longueur d'onde, de la solution à 25 pour 100 de sucres (25 ° Brix) obtenue en 2.3.1, placée dans une cuve de 1 cm de trajet optique.

2.4. **Expression des résultats**

L'absorbance à 425 nm du moût concentré rectifié en solution à 25 pour 100 (m/m) de sucres (25 ° Brix) est exprimée avec 2 décimales.

▼B

## 41. INDICE DE FOLIN-CIOCALTEU

## 1. DÉFINITION

L'indice de Folin-Ciocalteu est le résultat obtenu par l'application de la méthode décrite ci-après.

## 2. PRINCIPE

L'ensemble des composés phénoliques du vin est oxydé par le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce dernier est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) et d'acide phosphomolybdique ( $H_3PMo_{12}O_{40}$ ) qui est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en mélange d'oxydes bleus de tungstène ( $W_8O_{23}$ ) et de molybdène ( $Mo_8O_{23}$ ).

La coloration bleue produite possède une absorption maximum aux environs de 750 nm. Elle est proportionnelle au taux de composés phénoliques.

## 3. RÉACTIFS

Les réactifs doivent être de qualité analytique. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

## 3.1. Réactif de Folin-Ciocalteu

Ce réactif est disponible dans le commerce prêt à l'emploi. Il peut être préparé de la façon suivante: 100 g de tungstate de sodium ( $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ ) et 25 g de molybdate de sodium ( $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$ ) sont dissous dans 700 ml d'eau distillée; ajouter 50 ml d'acide phosphorique à 85 % ( $\rho_{20} = 1,71$  g/ml), 100 ml d'acide chlorhydrique concentré ( $\rho_{20} = 1,19$  g/ml). Porter à l'ébullition sous reflux durant 10 heures, ajouter ensuite 150 g de sulfate de lithium ( $Li_2SO_4 \cdot H_2O$ ), quelques gouttes de brome et porter à nouveau à l'ébullition durant 15 minutes. Refroidir et compléter à 1 litre avec de l'eau distillée.

3.2. Carbonate de sodium ( $Na_2CO_3$ ) anhydre en solution à 20 % (m/v).

## 4. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment:

## 4.1. Fioles jaugées de 100 ml.

## 4.2. Spectrophotomètre permettant de travailler à 750 nm.

## 5. MODE OPÉRATOIRE

## 5.1. Cas des vins rouges

Dans une fiole jaugée de 100 ml (4.1), introduire en respectant l'ordre suivant:

1 ml de vin dilué au 1/5<sup>e</sup>

50 ml d'eau distillée

5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu (3.1)

20 ml de solution de carbonate de sodium (3.2)

Porter à 100 ml avec de l'eau distillée.

Agiter pour homogénéiser. Attendre 30 minutes pour avoir une stabilisation de la réaction. Déterminer l'absorbance à 750 nm sous 1 cm par rapport à un témoin préparé avec de l'eau distillée à la place du vin.

Si l'absorbance lue n'est pas voisine de 0,3, il convient de modifier la dilution du vin.

## 5.2. Cas des vins blancs

Opérer dans les mêmes conditions, sur 1 ml de vin non dilué.



**▼B****5.3. Cas des moûts concentrés rectifiés****5.3.1. Préparation de l'échantillon**

Utiliser la solution dont la teneur en sucres est de 25 pour 100 (m/m) (25° Brix) préparée comme il est indiqué au chapitre «pH», en 4.1.2.

**5.3.2. Mesure**

Opérer comme il est décrit dans le cas des vins rouges (5.1) sur 5 ml d'échantillon préparé selon 5.3.1 en mesurant l'absorbance par rapport à un témoin préparé avec 5 ml d'une solution de sucre interverti à 25 pour 100 (m/m).

**6. EXPRESSION DES RÉSULTATS****6.1. Mode de calcul**

Le résultat est exprimé sous forme d'un indice obtenu en multipliant l'absorbance par 100 dans le cas des vins rouges dilués au 1/5<sup>e</sup> (ou par le facteur correspondant à la dilution employée) et par 20 dans le cas des vins blancs. Dans le cas des moûts concentrés rectifiés, l'absorbance est multipliée par 16.

**6.2. Répétabilité**

La différence entre les résultats de 2 déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste ne doit pas être supérieure à 1.

Une bonne répétabilité des résultats est liée à l'utilisation d'un appareillage ( fioles jaugées et cuves du spectrophotomètre) rigoureusement propre.

▼B

## 42. MÉTHODES D'ANALYSE PARTICULIÈRES POUR MOÛTS DE RAISINS CONCENTRÉS RECTIFIÉS

## a) CATIONS TOTAUX

## 1. PRINCIPE

La prise d'essai est traitée par un échangeur de cations fortement acide. Les cations sont échangés contre  $H^+$ . Ils sont exprimés par la différence entre l'acidité totale de l'effluent et celle de la prise d'essai.

## 2. APPAREILLAGE

2.1. Colonne de verre de 300 mm environ de longueur et de 10-11 mm de diamètre intérieur, munie d'un robinet.

2.2. pH-mètre gradué au moins en dixièmes d'unités pH.

2.3. Électrodes:

- électrode de verre, à conserver dans l'eau distillée,
- électrode de référence au calomel-chlorure de potassium saturé, à conserver dans une solution saturée de chlorure de potassium,
- ou électrode combinée à conserver dans l'eau distillée.

## 3. RÉACTIFS

3.1. Échangeur de cations fortement acide, en forme  $H^+$ . Préalablement à son emploi, faire gonfler la résine par immersion dans de l'eau pendant une nuit.

3.2. Solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium.

3.3. Papier indicateur de pH.

## 4. MODE OPÉRATOIRE

## 4.1. Préparation de l'échantillon

Utiliser la solution obtenue en diluant le moût concentré rectifié à 40 pour 100 (m/v) comme il est indiqué au chapitre «Acidité totale» en 5.1.2.

## 4.2. Préparation de la colonne d'échangeur d'ions

Introduire dans la colonne environ 10 ml d'échangeur d'ions préalablement gonflé en forme  $H^+$ ; rincer la colonne avec de l'eau distillée jusqu'à élimination de l'acidité que l'on contrôle avec le papier indicateur.

## 4.3. Échange d'ions

Faire passer à travers la colonne 100 ml de la solution de moût concentré rectifié, préparée comme indiqué en 4.1, à raison de 1 goutte par seconde. Recueillir l'effluent dans un vase cylindrique. Rincer la colonne avec 50 ml d'eau distillée. Titrer l'acidité de l'effluent (y compris l'eau de rinçage) par la solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium jusqu'à ce que le pH soit égal à 7 à 20 °C. L'addition de liqueur alcaline doit être faite lentement et la solution constamment agitée. Soit  $n$  ml le volume de solution 0,1 M d'hydroxyde de sodium versé.

## 5. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les cations totaux sont exprimés en milliéquivalents par kilogramme de sucres totaux avec 1 décimale.

## 5.1. Calculs

— Acidité de l'effluent exprimée en milliéquivalents par kilogramme de moût concentré rectifié:

$$E = 2,5 \cdot n.$$

— Acidité totale du moût concentré rectifié en milliéquivalents par kilogramme (voir «Acidité totale» en 6.1.2): a.

**▼B**

— Cations totaux en milliéquivalents par kilogramme de sucres totaux:

$$\frac{2,5 n - a}{P} \cdot 100$$

P = teneur pour 100 (m/m) en sucres totaux.

## b) CONDUCTIVITÉ

## 1. PRINCIPE

Mesure de la conductivité électrique d'une colonne de liquide, délimitée par deux électrodes de platine maintenues parallèles, constituant l'une des branches d'un point de Wheatstone.

La conductivité varie avec la température. Elle est exprimée à 20 °C.

## 2. APPAREIL

2.1. Conductimètre permettant des mesures de conductivité dans un domaine compris entre 1 et 1 000 microsiemens par cm.

2.2. Bain d'eau permettant d'amener la température des échantillons à analyser à environ 20 °C (20 ± 2 °C).

## 3. RÉACTIFS

3.1. Eau déminéralisée de conductivité spécifique inférieure à 2 microsiemens par cm à 20 °C.

3.2. Solution de chlorure de potassium de référence.

Dissoudre 0,581 g de chlorure de potassium, KCl, préalablement séché jusqu'à masse constante à la température de 105 °C, dans de l'eau déminéralisée (3.1). Compléter à 1 litre avec de l'eau déminéralisée (3.1). Cette solution a une conductivité de 1 000 microsiemens par cm à 20 °C. Sa durée de conservation est limitée à 3 mois.

## 4. MODE OPÉRATOIRE

## 4.1. Préparation de l'échantillon à analyser

Utiliser la solution dont la teneur en sucres totaux est de 25 pour 100 (m/m) (25° Brix) comme il est indiqué au chapitre «Détermination du pH», en 4.1.2.

## 4.2. Détermination de la conductivité

Amener l'échantillon à analyser à 20 °C par immersion dans un bain d'eau. Contrôler la température à 0,1 °C près.

Rincer deux fois la cellule de mesure du conductimètre avec la solution à examiner.

Mesurer la conductivité exprimée en microsiemens par centimètre.

## 5. EXPRESSION DES RÉSULTATS

La conductivité est exprimée en microsiemens par centimètre (Scm<sup>-1</sup>) à 20 °C, sans décimale, pour la solution à 25 pour 100 (m/m) (25° Brix) du moût concentré rectifié.

## 5.1. Calculs

Si l'appareil n'est pas pourvu d'un compensateur de température, corriger la conductivité mesurée au moyen de la table I. Si la température est inférieure à 20 °C, ajouter la correction; si la température est supérieure à 20 °C, soustraire la correction.



TABLE I

Corrections de conductivité pour températures différentes de 20 °C en microsiemens cm<sup>-1</sup>

| Conductivité | Températures |              |              |              |              |              |              |              |              |                      |
|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|----------------------|
|              | 20,2<br>19,8 | 20,4<br>19,6 | 20,6<br>19,4 | 20,8<br>19,2 | 21,0<br>19,0 | 21,2<br>18,8 | 21,4<br>18,6 | 21,6<br>18,4 | 21,8<br>18,2 | 22,0 (1)<br>18,0 (2) |
| 0            | 0            | 0            | 0            | 0            | 0            | 0            | 0            | 0            | 0            | 0                    |
| 50           | 0            | 0            | 1            | 1            | 1            | 1            | 1            | 2            | 2            | 2                    |
| 100          | 0            | 1            | 1            | 2            | 2            | 3            | 3            | 3            | 4            | 4                    |
| 150          | 1            | 1            | 2            | 3            | 3            | 4            | 5            | 5            | 6            | 7                    |
| 200          | 1            | 2            | 3            | 3            | 4            | 5            | 6            | 7            | 8            | 9                    |
| 250          | 1            | 2            | 3            | 4            | 6            | 7            | 8            | 9            | 10           | 11                   |
| 300          | 1            | 3            | 4            | 5            | 7            | 8            | 9            | 11           | 12           | 13                   |
| 350          | 1            | 3            | 5            | 6            | 8            | 9            | 11           | 12           | 14           | 15                   |
| 400          | 2            | 3            | 5            | 7            | 9            | 11           | 12           | 14           | 16           | 18                   |
| 450          | 2            | 3            | 6            | 8            | 10           | 12           | 14           | 16           | 18           | 20                   |
| 500          | 2            | 4            | 7            | 9            | 11           | 13           | 15           | 18           | 20           | 22                   |
| 550          | 2            | 5            | 7            | 10           | 12           | 14           | 17           | 19           | 22           | 24                   |
| 600          | 3            | 5            | 8            | 11           | 13           | 16           | 18           | 21           | 24           | 26                   |

(1) Soustraire la correction.

(2) Ajouter la correction.

## c) HYDROXYMÉTHYLFURFURAL

## 1. PRINCIPE DES MÉTHODES

## 1.1. Méthode colorimétrique

Les aldéhydes dérivés du furanne, dont le principal est l'hydroxyméthylfurfural, réagissent avec l'acide barbiturique et la paratoluidine pour donner un composé rouge qui est dosé par colorimétrie à 550 nm.

## 1.2. Méthode par chromatographie liquide haute performance

Séparation sur colonne en phase inversée et détermination à 280 nm.

## 2. MÉTHODE COLORIMÉTRIQUE

## 2.1. Appareils

2.1.1. Spectrophotomètre permettant des mesures entre 300 et 700 nm.

2.1.2. Cuves de verre, de trajet optique égal à 1 cm.

## 2.2. Réactifs

## 2.2.1. Acide barbiturique en solution à 0,5 pour 100 (m/v)

Dissoudre 500 mg d'acide barbiturique, C<sub>4</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>H<sub>4</sub>, dans de l'eau distillée en chauffant légèrement sur bain d'eau à 100 °C; porter à 100 ml avec de l'eau distillée. La solution se conserve environ 1 semaine.

## 2.2.2. Paratoluidine en solution à 10 pour 100 (m/v)

10 g de paratoluidine, C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(CH<sub>3</sub>) NH<sub>2</sub> sont placés dans une fiole jaugée de 100 ml; ajouter 50 ml d'isopropanol, CH<sub>3</sub>CH(OH)CH<sub>3</sub> et 10 ml d'acide acétique glacial, CH<sub>3</sub>COOH (ρ<sub>20</sub> = 1,05 g/ml); compléter à 100 ml avec de l'isopropanol. Cette solution doit être renouvelée tous les jours.

2.2.3. Éthanal (CH<sub>3</sub>CHO) en solution aqueuse à 1 pour 100 (m/v)

À préparer extemporanément.

**▼B**

- 2.2.4. *Hydroxyméthylfurfural, C<sub>6</sub>O<sub>3</sub>H<sub>6</sub> en solution aqueuse à 1 g/l*  
Préparer par dilutions successives des solutions titrant 5 - 10 - 20 - 30 et 40 mg/l. La solution à 1 g/l et ses dilutions doivent être fraîchement préparées.

2.3. **Mode opératoire**2.3.1. *Préparation de l'échantillon*

Utiliser la solution obtenue en diluant le moût concentré rectifié à 40 pour 100 (m/v) comme il est indiqué au chapitre «Acidité totale» en 5.1.2. Opérer le dosage sur 2 ml de cette solution.

2.3.2. *Dosage colorimétrique*

Dans 2 flacons *a* et *b* de 25 ml bouchés à l'émeri, placer 2 ml d'échantillon préparé comme il est indiqué en 2.3.1. Placer dans chaque flacon 5 ml de solution de paratoluidine (2.2.2); mélanger. Ajouter dans le flacon *b* (Témoin) 1 ml d'eau distillée, et dans le flacon *a* (Mesure) 1 ml de solution d'acide barbiturique (2.2.1). Agiter pour homogénéiser. Transvaser le contenu des flacons dans les cuves de 1 cm de trajet optique du spectrophotomètre. Le zéro de l'échelle des absorbances étant réglé sur le contenu du flacon *b* pour la longueur d'onde 550 nm, suivre la variation de l'absorbance du contenu du flacon *a*; relever sa valeur maximale *A* qui est atteinte entre 2 et 5 minutes.

Les échantillons dont la teneur en hydroxyméthylfurfural est supérieure à 30 mg/l doivent être dilués avant l'analyse.

2.3.3. *Établissement de la courbe d'étalonnage*

Dans 2 flacons *a* et *b* de 25 ml, placer 2 ml de chacune des solutions d'hydroxyméthylfurfural à 5 - 10 - 20 - 30 et 40 mg/l (2.2.4) et les traiter comme il a été décrit en 2.3.2.

La représentation graphique des absorbances en fonction des teneurs en milligrammes par litre en hydroxyméthylfurfural des solutions-étalons est une droite passant par l'origine.

2.4. **Expression des résultats**

La teneur en hydroxyméthylfurfural des moûts concentrés rectifiés est exprimée en milligrammes par kilogramme de sucres totaux.

2.4.1. *Mode de calcul*

La teneur *C* mg/l en hydroxyméthylfurfural de l'échantillon à analyser est obtenue en reportant sur la courbe d'étalonnage l'absorbance *A* déterminée sur cet échantillon.

Teneur en hydroxyméthylfurfural en milligrammes par kilogramme de sucres totaux:

$$250 \cdot \frac{C}{P}$$

*P* = teneur pour 100 (m/m) en sucres totaux du moût concentré rectifié.

## 3. MÉTHODE PAR CHROMATOGRAPHIE LIQUIDE HAUTE PERFORMANCE

3.1. **Appareils**3.1.1. *Chromatographie en phase liquide haute performance équipée:*

- d'un injecteur à boucle de 5 ou 10 µl,
  - d'un détecteur, spectrophotomètre permettant des mesures à 280 nm,
  - d'une colonne de silice greffée octadécyl (par exemple: Bondapak C<sub>18</sub> — Corasil, Waters Ass.),
  - d'un enregistreur, éventuellement d'un intégrateur.
- Débit de la phase mobile: 1,5 ml/minute.

**▼B**

- 3.1.2. *Dispositif de filtration sur membrane (0,45 µm)*
- 3.2. **Réactifs**
- 3.2.1. Eau bidistillée.
- 3.2.2. Méthanol, CH<sub>3</sub>OH distillé ou de qualité HPLC.
- 3.2.4. Acide acétique, CH<sub>3</sub>COOH (ρ<sub>20</sub> = 1,05 g/ml).
- 3.2.4. Phase mobile: eau-méthanol (3.2.2) acide acétique (3.2.3) préalablement filtrés sur membrane (0,45 µm), (40 — 9 — 1 v/v).
- Cette phase mobile doit être préparée chaque jour et dégazée avant utilisation.
- 3.2.5. Solution de référence d'hydroxyméthylfurfural à 25 mg/l (m/v).
- Placer, dans une fiole jaugée de 100 ml, 25 mg exactement pesés d'hydroxyméthylfurfural, C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>O<sub>6</sub> et compléter au volume avec du méthanol (3.2.2). Diluer cette solution au 1/10<sup>e</sup> avec du méthanol (3.2.2) et la filtrer sur membrane (0,45 µm).
- Cette solution, placée au réfrigérateur en flacon de verre brun, hermétiquement fermé, se conserve 2 à 3 mois.
- 3.3. **Mode opératoire**
- 3.3.1. *Préparation de l'échantillon*
- Utiliser la solution obtenue en diluant le moût concentré rectifié à 40 pour 100 (m/v) comme il est indiqué au chapitre «Acidité totale» en 5.1.2 et la filtrer sur membrane (0,45 µm).
- 3.3.2. *Détermination chromatographique*
- Injecter dans le chromatographe 5 (ou 10) µl de l'échantillon préparé comme indiqué en 3.3.1 et 5 (ou 10) µl de solution de référence d'hydroxyméthylfurfural (3.2.5). Enregistrer le chromatogramme.
- Le temps de rétention de l'hydroxyméthylfurfural est voisin de 6 — 7 minutes.
- 3.4. Expression des résultats
- La teneur en hydroxyméthylfurfural des moûts concentrés rectifiés est exprimée en milligrammes par kilogramme de sucres totaux.
- 3.4.1. *Mode de calcul*
- Soit C mg/l, la teneur en hydroxyméthylfurfural de la solution de moût concentré rectifié à 40 pour 100 (m/v).
- Teneur en hydroxyméthylfurfural en milligrammes par kilogramme de sucres totaux:
- $$\frac{250 \cdot C}{P}$$
- P = teneur pour 100 (m/m) en sucres totaux du moût concentré rectifié.
- d) **MÉTAUX LOURDS**
1. **PRINCIPES**
- I. **Méthode rapide d'évaluation des métaux lourds**
- Les métaux lourds sont mis en évidence dans le moût concentré rectifié convenablement dilué par la coloration que donne la formation de sulfures. Ils sont évalués comparativement à une solution-étalon de plomb correspondant à la teneur maximale admissible.
- II. **Détermination de la teneur en plomb par spectrophotométrie d'absorption atomique**
- Le chélate que donne le plomb avec le pyrrolidinedithiocarbamate d'ammonium est extrait par la méthylisobutylcétone dont on mesure

**▼B**

l'absorbance à 283,3 nm. La teneur en plomb est déterminée par la méthode des surcharges.

## 2. MÉTHODE RAPIDE D'ÉVALUATION DES MÉTAUX LOURDS

### 2.1. Réactifs

#### 2.1.1. *Acide chlorhydrique dilué à 70 pour 100 (m/v)*

Prélever 70 g d'acide chlorhydrique (HCl), ( $\rho_{20} = 1,16 - 1,19$  g/ml) et compléter à 100 ml avec de l'eau.

#### 2.1.2. *Acide chlorhydrique dilué à 20 pour 100 (m/v)*

Prélever 20 g d'acide chlorhydrique (HCl), ( $\rho_{20} = 1,16 - 1,19$  g/ml) et compléter à 100 ml avec de l'eau.

#### 2.1.3. *Ammoniaque diluée*

Prélever 14 g d'ammoniaque (NH<sub>3</sub>), ( $\rho_{20} = 0,931 - 0,934$  g/ml) et compléter à 100 ml avec de l'eau.

#### 2.1.4. *Solution tampon pH 3,5*

Dissoudre 25 g d'acétate d'ammonium (CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>), dans 25 ml d'eau et ajouter 38 ml d'acide chlorhydrique dilué (2.1.1). Ajuster le pH si nécessaire avec de l'acide chlorhydrique dilué (2.1.2) ou de l'ammoniaque diluée (2.1.3) et compléter à 100 ml avec de l'eau.

#### 2.1.5. *Solution de thioacétamide, (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>NS), à 4 pour 100 (m/v)*

#### 2.1.6. *Solution de glycérol (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>), à 85 pour 100 (m/v)*

( $n_D^{20} = 1,449 - 1,455$ ).

#### 2.1.7. *Réactif au thioacétamide*

À 0,2 ml de solution de thioacétamide (2.1.5), ajouter 1 ml d'un mélange de 5 ml d'eau, 15 ml d'hydroxyde de sodium en solution 1 M et 20 ml de glycérol (2.1.6). Chauffer au bain d'eau à 100° C pendant 20 secondes. Préparer extemporanément.

#### 2.1.8. *Solution de plomb à 0,002 g/l*

Préparer une solution à 1 g/l de plomb en dissolvant dans de l'eau 0,400 g de nitrate de plomb, Pb (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> et compléter à 250 ml avec de l'eau. Diluer cette solution au moment de l'emploi à 2 pour 1 000 (v/v) avec de l'eau pour obtenir la solution à 0,002 g/l.

### 2.2. Mode opératoire

Dissoudre une prise d'essai de 10 g de moût concentré rectifié dans 10 ml d'eau. Ajouter 2 ml de solution tampon pH 3,5 (2.1.4); mélanger. Ajouter 1,2 ml de réactif au thioacétamide (2.1.7). Mélanger immédiatement. Préparer le témoin dans les mêmes conditions en utilisant 10 ml de solution à 0,002 g/l de plomb (2.1.8).

Après 2 minutes, la coloration brune éventuelle de la solution de moût concentré rectifié ne doit pas être plus intense que celle du témoin.

### 2.3. Calculs

L'essai témoin, dans les conditions opératoires, correspond à une teneur maximale admissible de métaux lourds exprimés en plomb de 2 mg/kg de moût concentré rectifié.

## 3. DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN PLOMB PAR SPECTROPHOTOMÉTRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

### 3.1. Appareils

#### 3.1.1. Spectrophotomètre d'absorption atomique équipé d'un brûleur alimenté par de l'air et de l'acétylène.

#### 3.1.2. Lampe à cathode creuse au plomb.

**▼B****3.2. Réactifs**

## 3.2.1. Acide acétique dilué.

Prélever 12 g d'acide acétique glacial ( $\rho_{20} = 1,05 \text{ g/ml}$ ) et compléter à 100 ml avec de l'eau.

3.2.2. Solution de pyrrolidinedithiocarbamate d'ammonium  $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_2$ , à 1 pour 100 (m/v).3.2.3. Méthylisobutylcétone,  $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3$ .

## 3.2.4. Solution de plomb à 0,010 g/l de plomb.

Diluer à 1 pour 100 (v/v) la solution de plomb à 1 g/l (2.1.8).

**3.3. Mode opératoire**3.3.1. *Solution à examiner*

Dissoudre 10 g de moût concentré rectifié dans un mélange à volumes égaux d'acide acétique dilué (3.2.1) et d'eau et compléter à 100 ml avec ce mélange.

Ajouter 2 ml de solution de pyrrolidinedithiocarbamate d'ammonium (3.2.2) et 10 ml de méthylisobutylcétone (3.2.3). Agiter à l'abri d'une lumière vive pendant 30 secondes. Laisser séparer les deux couches. Utiliser la couche méthylisobutylcétone.

3.3.2. *Solutions de référence*

Préparer 3 solutions de référence contenant en plus des 10 g de moût concentré rectifié, respectivement 1 — 2 et 3 ml de la solution de plomb à 0,010 g/l (3.2.4). Les traiter comme la solution à examiner.

3.3.3. *Témoin*

Préparer un témoin en procédant dans les mêmes conditions qu'en 3.3.1 pour la solution à examiner mais sans addition de moût concentré rectifié.

3.3.4. *Détermination*

Sélectionner la longueur d'onde 283,3 nm.

Pulvériser dans la flamme la méthylisobutylcétone provenant de l'essai témoin et régler l'absorbance zéro.

En opérant sur leurs solvants d'extraction respectifs, déterminer les absorbances correspondant à la solution à examiner et aux solutions de référence.

**3.4. Expression des résultats**

Exprimer la teneur en plomb en milligrammes par kilogramme du moût concentré rectifié avec 1 décimale.

3.4.1. *Calculs*

Tracer la courbe représentant la variation des absorbances en fonction de la concentration du plomb ajouté dans les solutions de référence, la concentration zéro correspondant à la solution à examiner.

Extrapoler la droite joignant les points jusqu'à ce qu'elle rencontre l'axe des concentrations du côté négatif. La distance de ce point à l'origine représente la concentration en plomb de la solution à examiner.

**e) DOSAGE CHIMIQUE DE L'ÉTHANOL**

Cette méthode de dosage est utilisée pour la détermination du titre alcoométrique de liquides faiblement alcooliques tels que les moûts, les moûts concentrés, les moûts concentrés rectifiés.

**1. PRINCIPE**

Distillation simple du liquide. Oxydation de l'éthanol du distillat par le dichromate de potassium. Titrage de l'excès dichromate par une solution de fer II.



**▼B**

2. APPAREIL
- 2.1. Utiliser l'appareil de distillation décrit en 3.2 au chapitre «Titre alcoométrique».
3. RÉACTIFS
- 3.1. **Solution de dichromate de potassium**  
Dissoudre 33,600 g de dichromate de potassium ( $K_2Cr_2O_7$ ), dans une quantité suffisante d'eau pour faire 1 litre à 20° C.  
Un millilitre de cette solution oxyde 7,8924 mg d'alcool.
- 3.2. **Solution de sulfate de fer II et d'ammonium**  
Dissoudre 135 g de sulfate de fer II et d'ammonium,  $FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$  dans une quantité d'eau suffisante pour faire 1 litre et ajouter 20 ml d'acide sulfurique concentré ( $H_2SO_4$ ), ( $\rho_{20} = 1,84$  g/ml). Cette solution correspond sensiblement à son demi-volume de solution de dichromate lorsqu'elle vient d'être préparée. Elle s'oxyde lentement par la suite.
- 3.3. **Solution de permanganate de potassium**  
Dissoudre 1,088 g de permanganate de potassium,  $KMnO_4$ , dans une quantité suffisante d'eau pour faire 1 litre.
- 3.4. **Acide sulfurique dilué 1/2 (v/v)**  
À 500 ml d'eau, ajouter peu à peu et en agitant 500 ml d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) ( $\rho_{20} = 1,84$  g/ml).
- 3.5. **Réactif à l'ortho-phénanthroline ferreuse**  
Dissoudre 0,695 g de sulfate ferreux,  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ , dans 100 ml d'eau, ajouter 1,485 g de monohydrate d'ortho-phénanthroline  $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ . Chauffer pour favoriser la dissolution. Cette solution, de couleur rouge vif, se conserve très bien.
4. MODE OPÉRATOIRE
- 4.1. **Distillation**  
Placer dans le ballon de distillation 100 g du moût concentré rectifié et 100 ml d'eau. Recueillir le distillat dans un ballon jaugé de 100 ml et porter au trait de jauge avec de l'eau.
- 4.2. **Oxydation**  
Dans un flacon bouché à l'émeri de 300 ml dont le goulot est terminé par une partie évasée, ce qui permet de rincer le goulot sans pertes, placer 20 ml de solution titrée de dichromate de potassium (3.1), 20 ml d'acide sulfurique dilué 1/2 (v/v) (3.4) et agiter. Ajouter 20 ml de distillat. Boucher le flacon, agiter et attendre 30 minutes au moins, en agitant de temps en temps (flacon «dosage»).

Procéder au titrage de la solution de sulfate de fer II et d'ammonium (3.2) par rapport à la solution de dichromate de potassium en plaçant dans un flacon identique les mêmes quantités de réactifs mais en remplaçant les 20 ml de distillat par 20 ml d'eau distillée (flacon «témoin»).

- 4.3. **Titrage**  
Ajouter 4 gouttes de réactif à l'ortho-phénanthroline (3.5) au contenu du flacon «dosage». Titrer l'excès de dichromate en y versant la solution de sulfate de fer II (3.2) et d'ammonium. Arrêter l'addition de solution ferreuse lorsque le milieu passe du bleu-vert au marron.  
Pour préciser le virage, revenir du marron au bleu-vert avec la solution de permanganate (3.3) de potassium. Retrancher le dixième du volume employé de cette solution, du volume de solution de sulfate de fer II versé. Soit n cette différence.  
Procéder de même avec le flacon «témoin». Soit n' la différence.

**▼B**

## 5. EXPRESSION DES RÉSULTATS

L'éthanol est exprimée en grammes par kilogramme de sucres totaux avec 1 décimale.

5.1. **Mode de calcul**

$n'$  ml de solution ferreuse réduisent 20 ml de solution de dichromate qui oxydent 157,85 mg d'éthanol pur.

Un millilitre de solution de fer II a même pouvoir réducteur que:

$$\frac{157,85}{n'} \text{ mg d'éthanol}$$

$n' - n$  ml de solution de fer II ont même pouvoir réducteur que:

$$157,85 \cdot \frac{n' - n}{n'} \text{ mg d'éthanol.}$$

Éthanol en g/kg de moût concentré rectifié:

$$7,892 \cdot \frac{n' - n}{n'}$$

Éthanol en g/kg de sucres totaux:

$$789,2 \cdot \frac{n' - n}{n' \cdot P}$$

avec  $P$  = teneur pour 100 (m/m) en sucres totaux.

## f) MESO-INOSITOL, SCYLLO-INOSITOL ET SACCHAROSE

## 1. PRINCIPE

Chromatographie en phase gazeuse de dérivés silanisés.

## 2. RÉACTIFS

2.1. Étalon interne: xylitol (solution aqueuse d'environ 10 g/l additionnée d'une pointe de spatule de sodium azide)

2.2. Bistriméthylsilyltrifluoroacétamide — BSTFA — ( $C_8H_{18}F_3NOSi_2$ )

2.3. Triméthylchlorosilane ( $C_3H_9ClSi$ )

2.4. Pyridine p.a. ( $C_5H_5N$ )

2.5. Méso-inositol ( $C_6H_{12}O_6$ )

## 3. APPAREILLAGE

3.1. Chromatographe en phase gazeuse équipé de:

3.2. Colonne capillaire (par exemple, silice fondue, OV 1, épaisseur du film 0,15  $\mu$ , longueur 25 m, diamètre intérieur 0,3 mm).

Conditions opératoires: gaz vecteur: hydrogène et hélium

— débit du gaz vecteur: 2 ml/minute environ,

— température de l'injecteur et du détecteur: 300° C,

— programmation de température: 1 minute à 160° C, 4° C/minute jusqu'à 260° C, isotherme à 260° C pendant 15 minutes,

— rapport de dissociation: 1 à 20 environ.

3.3. Intégrateur.

3.4. Seringue micrométrique 10  $\mu$ l.

3.5. Micropipettes de 50, 100 et 200  $\mu$ l.

3.6. Flacons de 2 ml avec un bouchon de téflon.

3.7. Étuve.

## 4. MODE OPÉRATOIRE

Additionner environ 5 g de MCR, pesés exactement dans un matras de 50 ml, de 1 ml de solution-étalon de xylitol (2.1) et mettre à niveau avec de l'eau. Après homogénéisation de l'échantillon, prélever 100  $\mu$ l de solution à introduire dans un flacon et sécher dans un léger courant d'air, après adjonction éventuelle de 100  $\mu$ l d'éthanol absolu pour faciliter l'évaporation.

**▼B**

Dissoudre soigneusement le résidu dans 100 µl de pyridine (2.4), ajouter 100 µl de bistriméthylsilyltrifluoroacétamide (2.2) et 10 µl de triméthylchlorosilane (2.3), fermer le flacon avec le bouchon de téflon et placer en étuve à 60° C pendant une heure.

Prélever 0,5 µl de liquide clair en injectant, «aiguille vide et chaude», selon le rapport de dissociation susmentionné.

5. CALCUL DES COEFFICIENTS DE RÉPONSE

5.1. Préparer une solution contenant:

60 g/l de glucose, 60 g/l de fructose, 1 g/l de méso-inositol et 1 g/l de saccharose.

Peser 5 g de cette solution et procéder conformément au point 4. À partir du chromatogramme obtenu, calculer les coefficients de réponse du méso-inositol et du saccharose par rapport au xylitol.

Pour le scyllo-inositol, qui n'est pas disponible dans le commerce et dont le temps de rétention est compris entre le dernier pic des formes anomériques du glucose et celui du méso-inositol (voir figure jointe), utiliser le même coefficient de réponse que celui du méso-inositol.

6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

6.1. Le méso-inositol et le scyllo-inositol sont exprimés en milligrammes par kilogramme de sucres totaux. Le saccharose est exprimé en grammes par kilogramme de moût.

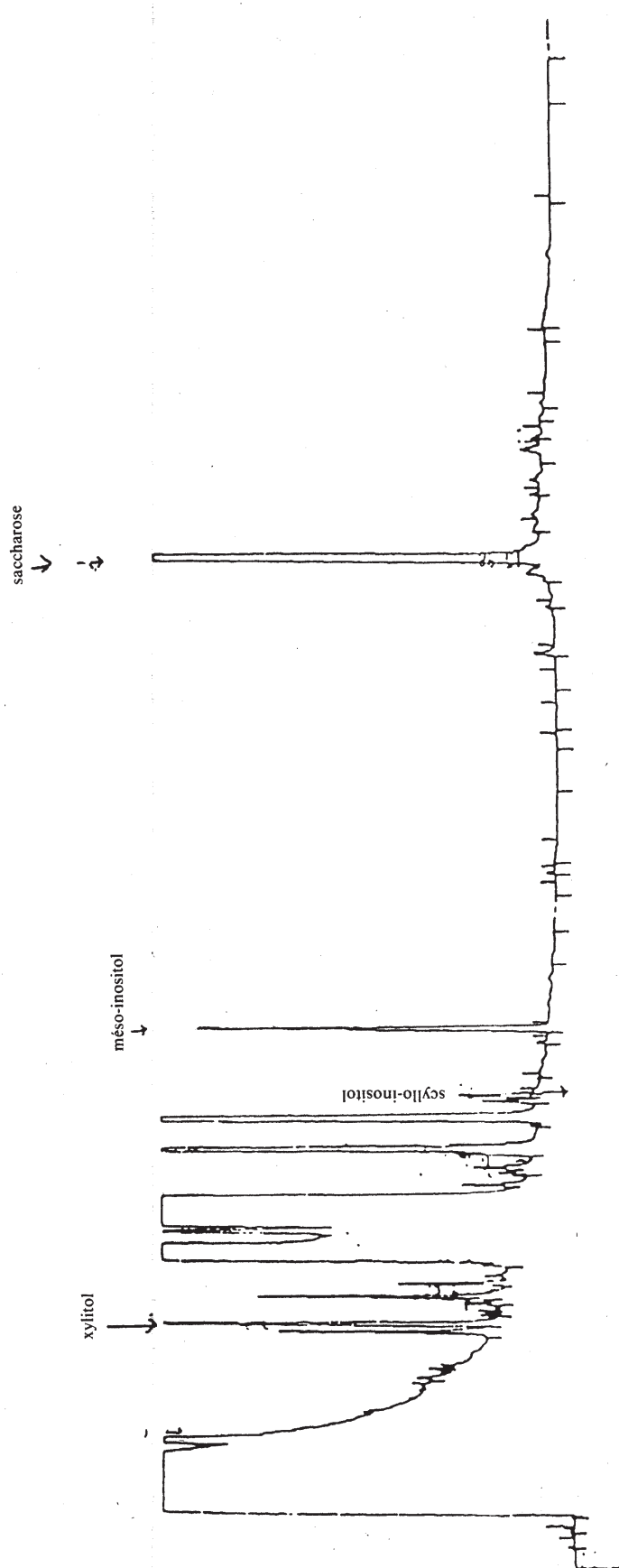
▼B

Figure: Chromatogramme en phase gazeuse du méso-inositol, du scyllo-inositol et du saccharose.

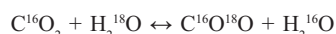
▼ **M6****43. DÉTERMINATION DU RAPPORT ISOTOPIQUE <sup>18</sup>O/<sup>16</sup>O DE L'EAU DES VINS****I. DESCRIPTION DE LA MÉTHODE****1. Objet de la méthode**

La présente méthode a pour but de mesurer le rapport isotopique <sup>18</sup>O/<sup>16</sup>O d'eaux de différentes origines. Le rapport isotopique <sup>18</sup>O/<sup>16</sup>O peut s'exprimer en déviation δ ‰ par rapport à la valeur du rapport isotopique de la référence internationale V.SMOW:

$$\delta_i[\text{‰}] = \left[ \frac{R_i}{R_{\text{SMOW}}} - 1 \right] \times 1\,000$$

**2. Principe**

Le rapport isotopique <sup>18</sup>O/<sup>16</sup>O est déterminé par spectrométrie de masse des rapports isotopiques (SMRI) à partir des courants ioniques m/z 46 (<sup>12</sup>C<sup>16</sup>O<sup>18</sup>O) et m/z 44 (<sup>12</sup>C<sup>16</sup>O<sub>2</sub>) produits par le dioxyde de carbone obtenu après échange avec l'eau du vin selon la réaction:



Le dioxyde de carbone de la phase gazeuse est utilisé pour l'analyse.

**3. Réactifs**

- Dioxyde de carbone pour analyse
- SMOW (Standard Mean Ocean Water)
- GISP (Greenland Ice Sheet Precipitation)
- SLAP (Standard Light Arctic Precipitation)
- Eau de référence propre au laboratoire soigneusement étalonnée par rapport aux échantillons de référence de l'Agence internationale de l'énergie atomique à Vienne (AIEA).

**4. Équipement de laboratoire**

- Spectromètre de masse de rapports isotopiques avec une répétabilité interne de 0,05 ‰.
- Triple collecteur pour enregistrement simultané des ions m/z 44, 45 et 46 ou, à défaut, double collecteur pour la mesure des ions m/z 44 et 46.
- Système thermostaté (± 0,5 °C) pour réaliser l'équilibration entre le CO<sub>2</sub> et l'eau du vin.
- Pompe à vide pouvant atteindre une pression interne de 0,13 Pa.
- Fioles pour échantillon ayant un volume de 15 ml et un tube capillaire annexe d'un diamètre intérieur de l'ordre de 0,015 mm.
- Pipette Eppendorf avec cône en plastique jetable.

**5. Déterminations expérimentales****5.1. Méthode manuelle**

Mode opératoire de la méthode d'équilibrage

Introduction de l'échantillon

- Prendre la pipette Eppendorf à volume fixe de 1,5 ml, adapter un cône et pipetter le liquide à analyser pour l'introduire dans un ballon. Ensuite, disposer de la graisse de silicones autour du col du ballon et adapter le ballon à la vanne en vérifiant que celle-ci est bien fermée.
- Répéter l'opération pour chaque ballon de la rampe de travail en introduisant l'eau de référence du laboratoire dans un des ballons.

▼ **M6****Dégazage de la rampe**

Les deux rampes sont refroidies à l'azote liquide, puis on purge tout le système jusqu'à 0,1 mm Hg en ouvrant les vannes.

On referme ensuite les vannes et on laisse l'ensemble se réchauffer. Le cycle de dégazage est répété jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de variation de pression.

**Équilibrage de l'eau et du CO<sub>2</sub>**

On refroidit la rampe de travail à - 70 °C (mélange d'azote liquide et d'alcool) pour geler l'eau et on met l'ensemble sous vide. Après stabilisation du vide, on isole la rampe au moyen de la vanne et on purge le système d'introduction du CO<sub>2</sub>. On introduit le CO<sub>2</sub> gazeux dans la rampe de travail et, après l'avoir isolée du reste du système, on introduit la rampe dans le bain thermostaté à 25 °C (± 0,5 °C) pendant 12 heures (une nuit). Pour optimiser le temps nécessaire à l'équilibration, il est conseillé de préparer les échantillons en fin de journée et de laisser l'équilibre s'établir pendant la nuit.

**Transfert du CO<sub>2</sub> échangé dans les cellules de mesure**

Un porte-échantillon supportant autant de cellules de mesure que de ballons contenant du CO<sub>2</sub> échangé est adapté sur la ligne à vide à côté de la rampe de travail. Les cellules vides sont soigneusement purgées et les gaz échangés contenus dans les ballons sont successivement transférés dans les cellules de mesures refroidies à l'azote liquide. On laisse ensuite les cellules de mesure se réchauffer à température ambiante.

5.2. *Utilisation d'un appareillage d'échange automatique*

Afin de réaliser l'équilibration, les fioles à échantillons sont remplies avec 2 ml de vin ou 2 ml d'eau (référence de travail du laboratoire) et refroidies à - 18 °C. Les porte-échantillons contenant les produits gelés sont adaptés au système d'équilibration et, après avoir réalisé le vide dans le système, le CO<sub>2</sub> est introduit sous une pression de 800 hPa.

L'équilibre est atteint à une température de 22 ± 0,5 °C après une période minimale de cinq heures et sous agitation modérée. Puisque la durée d'équilibration dépend de la géométrie de la fiole, la durée optimale doit être déterminée au préalable pour le système utilisé.

Le CO<sub>2</sub> contenu dans les fioles est ensuite transféré dans la chambre d'introduction du spectromètre de masse par un tube capillaire et la mesure est effectuée selon un protocole propre à chaque type d'appareillage.

6. **Calcul et expression des résultats**

La différence relative  $\delta'$  du rapport des intensités des ions m/z 46 et 44 ( $I_{46}/I_{44}$ ) entre l'échantillon et la référence est exprimée en ‰ au moyen de la relation suivante:

$$\delta' \text{ échantillon} = \left[ \frac{(I_{46}/I_{44}) \text{ échantillon}}{(I_{46}/I_{44}) \text{ référence}} - 1 \right] \times 1000$$

La teneur en <sup>18</sup>O de l'échantillon par rapport à la référence V.SMOW sur l'échelle V.SMOW/SLAP est donnée par la relation:

$$\delta^{18}\text{O} = \left[ \frac{\delta' \text{ échantillon} - \delta' \text{ SMOW}}{\delta' \text{ SMOW} - \delta' \text{ SLAP}} \right] \times 55,5$$

La valeur acceptée pour l'eau du SLAP est égale à - 55,5 ‰ par rapport au V.SMOW. Le rapport isotopique de la référence doit être déterminé après chaque série de dix mesures sur des échantillons inconnus.

7. **Fidélité**

- La répétabilité (r) est égale à 0,24 ‰.
- La reproductibilité (R) est égale à 0,50 ‰.

▼ **M7****44. DOSAGE DU CARBAMATE D'ÉTHYLE DANS LES VINS:  
MÉTHODE DE DÉTECTION SÉLECTIVE PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE/SPECTROMÉTRIE DE MASSE**

(Applicable à la détermination du carbamate d'éthyle pour des concentrations comprises entre 10 et 200 µg/l)

(*Attention:* Respecter les consignes de sécurité pour les manipulations des produits chimiques, pour l'éthanol, l'acétone et les produits carcinogènes: carbamate d'éthyle et dichlorométhane. Se débarrasser des solvants usés de manière appropriée compatible avec les règles et les règlements écologiques applicables).

**A. Principe de la méthode**

Le carbamate de propyle est ajouté à un échantillon comme étalon interne, la solution est diluée avec de l'eau et est placée dans une colonne d'extraction en phase solide de 50 ml. Le carbamate d'éthyle et le carbamate de propyle sont élués avec du dichlorométhane.

L'éluat est concentré à l'aide d'un évaporateur rotatif sous vide. Le concentré est analysé par chromatographie en phase gazeuse (CG), la détection est effectuée par spectrométrie de masse par fragmentométrie en mode SIM (Selected ion monitoring).

**B. Appareillage et conditions chromatographiques (donnés à titre d'exemple)**

- a) Chromatogramme en phase gazeuse/spectromètre de masse (CG/SM) et éventuellement un passeur d'échantillons et système de traitement de données ou équivalent.

Colonne capillaire en silice greffée 30 m <sup>(1)</sup> x 0,25 mm de diamètre interne, 0,25 µm de film de type Carbowax 20M.

Mode opératoire: injecteur 180 °C, gaz vecteur hélium à 1 ml/min. et à 25 °C, injection selon la méthode «Splitless/split».

Programme de température: 40 °C pendant 0,75 minute, puis programmation à 10 °C/minute jusqu'à 60 °C, puis 3 °C/minute jusqu'à 150 °C <sup>(2)</sup>, aller jusqu'à 220 °C puis maintenir pendant 4,25 minutes à 220 °C. Le temps de rétention spécifique du carbamate d'éthyle est de 23 à 27 minutes, celui du carbamate de propyle est de 27 à 31 minutes.

Chromatographe en phase gazeuse/spectromètre (CG/SM) interface: ligne de transfert 220 °C. Paramètres du spectromètre de masse mis au point manuellement avec de la perfluorotributylamine et optimisé pour une sensibilité de masse plus basse, mode acquisition SIM, délai solvant et temps de commencement de l'acquisition 22 minutes, temps de maintien/ion 100 ms.

- b) Évaporateur rotatif sous vide ou système de concentration de type Kuderna Danish.

(*NB:* le taux de récupération du carbamate d'éthyle de l'échantillon test, C(g) doit être compris entre 90 et 110 % pendant le processus).

- c) Fiole — en forme de poire, 300 ml, col unique à rodage.  
d) Tube de concentration — 4 ml, gradué, avec un joint à pellicule de téflon et bouchon.

**C. Réactifs**

- a) Acétone — qualité LC

*NB:* Vérifier chaque lot avant usage par CG/SM concernant l'absence de réponse pour les ions de m/z 62, 74 et 89.

<sup>(1)</sup> Pour certains vins particulièrement riches, il peut s'avérer souhaitable d'utiliser une colonne capillaire de 50 m de long.

<sup>(2)</sup> Pour certains vins particulièrement riches, il peut s'avérer souhaitable d'effectuer une programmation de température de 2 °C par minute.

▼ M7

## b) Dichlorométhane

*NB:* Analyser chaque lot avant usage par CG/SM après concentration 200 fois, concentration pour vérifier l'absence de réponse pour les ions de m/z 62, 74 et 89.

## c) Éthanol — anhydre

## d) Carbamate d'éthyle (CE); solutions standard

1) Solution «mère» — 1,00 mg/ml. Peser 100 mg CE ( $\geq 99$  % pureté) dans une fiole volumétrique de 100 ml et diluer avec de l'acétone.

2) Solution standard de travail — 10,0 µg/ml. Transférer 1 ml de la solution «mère» CE dans une fiole volumétrique de 100 ml et diluer avec de l'acétone jusqu'au trait de jauge.

## e) Carbamate de propyle (CP), solutions standard

1) Solution «mère» — 1,00 mg/ml. Peser 100 mg CP (qualité réactif) dans une fiole volumétrique de 100 ml et diluer avec de l'acétone jusqu'au trait de jauge.

2) Solution standard de travail 10,0 µg/ml. Transférer 1 ml de la solution «mère» CP dans une fiole volumétrique de 100 ml et diluer avec de l'acétone jusqu'au trait de jauge.

3) Solution standard interne CP — 400 ng/ml. Transférer 4 ml de solution standard de travail CP dans une fiole volumétrique de 100 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait de jauge.

## f) Solutions standard calibrées CE-CP

Diluer les solutions standard de travail de CE, d) 2), et CP e) 2), avec du dichlorométhane pour obtenir:

1) (100 ng CE et 400 ng CP)/ml;

2) (200 ng CE et 400 ng CP)/ml;

3) (400 ng CE et 400 ng CP)/ml;

4) (800 ng CE et 400 ng CP)/ml;

5) (1 600 ng CE et 400 ng CP)/ml.

## g) Échantillon test — 100 ng CE/ml dans 40 % d'éthanol

Transférer 1 ml des solutions standard de travail CE, d) 2) dans une fiole volumétrique de 100 ml et diluer avec 40 % d'éthanol jusqu'au trait de jauge.

## h) Colonne d'extraction en phase solide — Matériel jetable, préemballé avec de la terre de diatomées, capacité 50 ml

*NB:* Avant analyse, vérifier chaque lot de colonnes d'extraction pour la récupération du CE et CP et l'absence de réponse pour les ions de m/z 62, 74 et 89. Préparer 100 ng CE/ml d'échantillon test (g). Analyser 5,00 ml de l'échantillon test comme décrit dans D a), E et F. La récupération de 90-110 ng de CE/ml est satisfaisante. Des absorbants dont le diamètre des particules est irrégulier peuvent entraîner des débits très lents qui affectent la récupération du CE et du CP. Si, après plusieurs essais, 90-110 % de la valeur de l'échantillon test n'est pas obtenue, changer la colonne ou utiliser une courbe de calibration de récupération corrigée pour quantifier le CE. Pour obtenir la courbe de calibration corrigée, préparer des solutions standards comme décrites dans f) en utilisant 40 % d'éthanol au lieu du dichlorométhane.

Analyser 1 ml de la solution standard de calibration comme décrit en D, E et F.

Construire une nouvelle courbe d'étalonnage en utilisant le rapport CE/CP des standards extraits.



▼ **M7****D. Préparation de l'échantillon test**

Placer le matériel test dans 2 béchers séparés de 100 ml en utilisant les quantités suivantes:

- a) Vins titrant plus de 14 % vol. d'alcool: 5,00 ml ± 0,01 ml.
- b) Vins titrant au plus 14 % vol. d'alcool: 20,00 ml ± 0,01 ml.

Dans chaque bécher, ajouter 1 ml de solution CP d'étalon interne, C e) 3) et de l'eau, afin d'obtenir un volume total de 40 ml (ou 40 g).

**E. Extraction**

Exécuter l'extraction sous la hotte aspirante avec une ventilation adéquate.

Transférer la préparation réalisée en D dans la colonne d'extraction.

Rincer le bécher avec 10 ml d'eau et transférer l'eau de rinçage dans la colonne.

Laisser le liquide s'absorber dans la colonne pendant 4 minutes — Éluer par 2 x 80 ml de dichlorométhane. Recueillir l'éluat dans une fiole conique de 300 ml.

Évaporer l'éluat jusqu'à 2 à 3 ml à l'aide de l'évaporateur rotatif au bain marie à 30 °C. (*NB* = ne pas laisser évaporer à sec).

Transférer le résidu concentré dans un tube gradué de 4 ml, à l'aide d'une pipette Pasteur.

Rincer la fiole avec 1 ml de dichlorométhane et transférer le liquide de rinçage dans le tube. Concentrer l'échantillon à 1 ml sous un faible courant d'azote.

Transférer éventuellement le concentré dans une fiole du passeur d'échantillon pour l'analyse CG/SM.

**F. Analyse CG/SM****a) Courbe de calibration**

Injecter 1 µl de chacune des solutions standard d'étalonnage C f), en CG/SM. Faire le graphique du rapport des aires CE-CP pour la réponse de l'ion de m/z 62 sur l'axe des ordonnées et porter en abscisses la quantité de CE en ng/ml (soit 100, 200, 400, 800, 1 600 ng/ml).

**b) CE quantification**

Injecter 1 µl d'extrait concentré de E dans le système CG/SM et calculer le rapport des aires CE-CP pour l'ion de m/z 62. Déterminer la concentration CE (ng/ml) dans l'extrait, en utilisant la courbe d'étalonnage standard interne. Calculer la concentration CE dans l'échantillon test (ng/ml) en divisant la quantité de CE (ng) dans l'extrait par le volume de l'échantillon test (ml).

**c) Vérification de la pureté du CE**

Déterminer si les réponses pour les ions de m/z 62, 74 et 89 apparaissent au temps de rétention du CE. Ces réponses sont les caractéristiques respectivement des principaux fragments (M - C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)<sup>+</sup> et (M - CH<sub>3</sub>)<sup>+</sup> et de l'ion moléculaire (M). La présence de CE est confirmée si les proportions relatives de ces ions ne s'écartent pas de plus de 20 % des proportions pour le standard en CE. L'extrait peut avoir besoin d'être reconcentré pour obtenir une réponse suffisante pour l'ion de m/z 89.

**G. Analyse collaborative**

Le tableau 1 montre les résultats individuels pour l'échantillon d'entraînement pratique et pour les deux types de vins.

▼ M7

L'application du test de Cochran a eu pour conséquence l'élimination d'un seul couple de résultats, tant pour le vin dont le titre alcoométrique est supérieur à 14 % vol. que pour le vin dont le titre alcoométrique est inférieur ou égal à 14 % vol., chacun venant d'un laboratoire différent.

La reproductibilité relative tend à décroître avec l'accroissement de la concentration en carbamate d'éthyle.

**Performance de la méthode pour la détermination du carbonate d'éthyle CE dans les boissons alcooliques par CG/SM**

| Échantillon               | Moyenne de CE trouvé (ng/ml) | Récupération de CE ajouté (%) | S <sub>r</sub> | S <sub>R</sub> | RSD <sub>r</sub> (%) | RSD <sub>R</sub> (%) |
|---------------------------|------------------------------|-------------------------------|----------------|----------------|----------------------|----------------------|
| Vin de plus de 14 % vol.  | 40                           |                               | 1,59           | 4,77           | 4,01                 | 12,02                |
|                           | 80                           | 89                            | 3,32           | 7,00           | 4,14                 | 8,74                 |
|                           | 162                          | 90                            | 8,20           | 11,11          | 5,05                 | 6,84                 |
| Vin de moins de 14 % vol. | 11                           |                               | 0,43           | 2,03           | 3,94                 | 18,47                |
|                           | 25                           | 93                            | 1,67           | 2,67           | 6,73                 | 10,73                |
|                           | 48                           | 93                            | 1,97           | 4,25           | 4,10                 | 8,86                 |

▼ **M10****45. DÉTERMINATION DU RAPPORT ISOTOPIQUE  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  PAR SPECTROMÉTRIE DE MASSE ISOTOPIQUE DE L'ÉTHANOL DU VIN OU DE L'ÉTHANOL OBTENU PAR FERMENTATION DES MOÛTS, DES MOÛTS CONCENTRÉS OU DES MOÛTS CONCENTRÉS RECTIFIÉS****1. CHAMP D'APPLICATION**

La méthode permet la mesure du rapport isotopique  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  de l'éthanol du vin et de celui de l'éthanol obtenu après fermentation des produits dérivés de la vigne (moût, moût concentré, moût concentré rectifié).

**2. RÉFÉRENCES NORMATIVES**

|   |   |
|---|---|
| ISO:  | 5725:1994 «Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires».                     |
| V-PDB:                                      | Vienna-Pee-Dee Belemnite<br>( $R_{\text{PDB}} = 0,0112372$ ).   |
| Méthode 8 de l'annexe du présent règlement: | «Détection de l'enrichissement des moûts, des moûts concentrés, des moûts concentrés rectifiés et des vins par application de la résonance magnétique nucléaire du deutérium (RMN-FINS)». |

**3. TERMES ET DÉFINITIONS**

|                                 |  |
|---------------------------------|--|
| $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ : | Rapport des isotopes du carbone 13 ( $^{13}\text{C}$ ) et du carbone 12 ( $^{12}\text{C}$ ) pour un échantillon donné.   |
| $\delta^{13}\text{C}$ :         | teneur en carbone 13 ( $^{13}\text{C}$ ) exprimée en parties pour mille (‰).   |
| RMN-FINS:                       | Fractionnement isotopique naturel spécifique étudié par résonance magnétique nucléaire.  |
| V-PDB:                          | Vienna-Pee-Dee Belemnite. Le PDB, référence primaire pour la mesure des variations naturelles des teneurs isotopiques en carbone 13, était un carbonate de calcium provenant d'un rostre de bélemnite du Crétacé de la formation Pee-Dee de la Caroline du sud (États-Unis d'Amérique). Son rapport isotopique $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ou $R_{\text{PDB}}$ est $R_{\text{PDB}} = 0,0112372$ . Le PDB est épuisé depuis longtemps, mais est resté la référence primaire pour exprimer les variations naturelles des teneurs isotopiques en carbone 13, contre laquelle sont calibrés les matériaux de référence, disponibles à l'Agence internationale de l'énergie atomique (IAEA) à Vienne (Autriche). Les déterminations isotopiques des abondances naturelles en carbone 13 sont alors exprimées, par convention, par rapport au V-PDB. |
| m/z:                            | Rapport masse sur charge.  |

**4. PRINCIPE**

Lors de la photosynthèse, l'assimilation du gaz carbonique par les végétaux s'effectue selon deux principaux types de métabolismes qui sont les métabolismes  $\text{C}_3$  (cycle de Calvin) et  $\text{C}_4$  (Hatch et Slack). Ces deux mécanismes de photosynthèse présentent un fractionnement isotopique différent. Ainsi, les produits issus des plantes  $\text{C}_4$ , tel que les sucres et l'alcool dérivé par fermentation, présentent des teneurs en carbone 13 plus élevées que celles de leurs homologues provenant des plantes  $\text{C}_3$ . La plupart des végétaux tels que la vigne et la betterave appartiennent au groupe  $\text{C}_3$ . La canne à sucre et le maïs appartiennent au groupe  $\text{C}_4$ . La mesure de la teneur en carbone 13 permet donc la détection et l'évaluation du sucre d'origine  $\text{C}_4$  (sucre de canne ou isoglucose de maïs) ajouté aux produits dérivés du raisin (moûts de raisins, vins, etc.). Les informations combinées de la teneur en carbone 13 avec celles obtenues par RMN-FINS permettent également la quantification de l'addition de mélanges de sucres ou d'alcools d'origine des plantes  $\text{C}_3$  et  $\text{C}_4$ .

La teneur en carbone 13 est déterminée sur le gaz carbonique résultant de la combustion complète de l'échantillon. Les abondances des principaux isotopomères de masses 44 ( $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$ ), 45 ( $^{13}\text{C}^{16}\text{O}_2$ ) et

▼ **M10**

$^{12}\text{C}^{17}\text{O}^{16}\text{O}$ ) et 46 ( $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$ ), résultant des différentes combinaisons possibles des isotopes  $^{18}\text{O}$ ,  $^{17}\text{O}$ ,  $^{16}\text{O}$ ,  $^{13}\text{C}$  et  $^{12}\text{C}$ , sont déterminées à partir des courants ioniques mesurés sur trois collecteurs différents d'un spectromètre de masse isotopique. Les contributions des isotopomères  $^{13}\text{C}^{17}\text{O}^{16}\text{O}$  et  $^{12}\text{C}^{17}\text{O}_2$  peuvent être négligées en raison de leur très faible abondance. Le courant ionique pour  $m/z = 45$  est corrigé de la contribution de  $^{12}\text{C}^{17}\text{O}^{16}\text{O}$  qui est calculée en fonction de l'intensité du courant mesuré pour  $m/z = 46$  en considérant les abondances relatives de  $^{18}\text{O}$  et  $^{17}\text{O}$  (correction de Craig). La comparaison avec une référence calibrée contre la référence internationale V-PDB permet le calcul de la teneur en carbone 13 sur l'échelle relative  $\delta^{13}\text{C}$ .

## 5. RÉACTIFS

Les matériaux et les consommables dépendent de l'appareillage (6) utilisé par le laboratoire. Les systèmes généralement utilisés sont ceux fondés sur l'analyseur élémentaire. Celui-ci peut être équipé pour l'introduction d'échantillons placés dans des capsules métalliques scellées, ou pour l'injection d'échantillons liquides à travers un septum au moyen d'une seringue.

Selon le type d'instrumentation utilisé, les matériaux de référence, réactifs et consommables suivants peuvent être utilisés:

- matériaux de référence
- disponibles auprès de l'IAEA:

| Nom         | Matériel     | $\delta^{13}\text{C}$ versus V-PDB (9) |
|-------------|--------------|--|
| — IAEA-CH-6 | saccharose   | - 10,4 ‰                               |
| — IAEA-CH-7 | polyéthylène | - 31,8 ‰                               |
| — NBS22     | huile        | - 29,7 ‰                               |
| — USGS24    | graphite     | - 16,1 ‰                               |

- disponibles auprès de l'Institut des matériaux et mesures de référence (IRMM) de Geel (B):

| Nom           | Matériel                            | $\delta^{13}\text{C}$ versus V-PDB (9) |
|---------------|-------------------------------------|--|
| — CRM/BCR 656 | alcool de vin                       | - 26,93 ‰                              |
| — CRM/BCR 657 | glucose                             | - 10,75 ‰                              |
| — CRM/BCR 660 | solution hydroalcoolique (TAV 12 ‰) | - 26,72 ‰                              |

- Échantillon standard de travail ayant un rapport  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  connu calibré contre les matériaux de référence internationaux.
- La liste indicative de consommables ci-dessous est établie pour les systèmes à flux continu:
  - hélium pour analyse (CAS 07440-59-7),
  - oxygène pour analyse (CAS 07782-44-7),
  - dioxyde de carbone pour analyse, utilisé comme gaz de référence secondaire pour la teneur en carbone 13 (CAS 00124-38-9),
  - réactif d'oxydation pour le four du système de combustion, par exemple oxyde de cuivre (II) pour analyse élémentaire (CAS 1317-38-0),
  - desséchant pour éliminer de l'eau produite par la combustion, par exemple anhydride pour analyse élémentaire (perchlorate de magnésium) (CAS 10034-81-8) (non nécessaire pour les appareillages équipés avec un système d'élimination de l'eau par cryopiégeage ou au moyen d'un capillaire sélectivement perméable).

▼ **M10**

## 6. APPAREILLAGE ET MATÉRIEL

6.1. **Spectromètre de masse de rapport isotopique (SMRI)**

Spectromètre de masse de rapport isotopique (SMRI), permettant de déterminer la teneur relative de  $^{13}\text{C}$  du gaz  $\text{CO}_2$  en abondance naturelle avec une précision interne de 0,05 ‰ ou mieux exprimée en valeur relative (9). La précision interne est ici définie comme la différence entre deux mesures du même échantillon de  $\text{CO}_2$ . Le spectromètre de masse, destiné à la mesure des rapports isotopiques, est généralement équipé d'un collecteur triple pour mesurer simultanément les intensités pour  $m/z = 44, 45$  et  $46$ . Le spectromètre de masse de rapport isotopique doit soit être équipé d'un système d'introduction double, pour mesurer en alternance l'échantillon inconnu et un échantillon de référence, soit utiliser un système intégré qui effectue la combustion quantitative des échantillons et sépare le dioxyde de carbone des autres produits de combustion préalablement à la mesure dans le spectromètre de masse.

6.2. **Appareillage de combustion**

Appareillage de combustion capable de convertir quantitativement l'éthanol en dioxyde de carbone et d'éliminer tous les autres produits de combustion y compris l'eau sans aucun fractionnement isotopique. L'appareillage peut être soit un système à flux continu intégré à l'instrumentation de spectrométrie de masse (6.2.1), soit un système de combustion autonome (6.2.2). L'appareillage doit permettre d'obtenir une précision au moins équivalente à celle indiquée en (11).

6.2.1. *Systèmes à flux continu*

Ceux-ci sont constitués soit par un analyseur élémentaire, soit par un chromatographe en phase gazeuse équipé d'un système de combustion en ligne.

Pour les systèmes équipés pour l'introduction des échantillons contenus dans des capsules métalliques, le matériel de laboratoire suivant est utilisé:

- microseringue ou micropipette volumétrique avec cônes appropriés,
- balance à échelon de lecture à 1 µg ou mieux,
- pince pour encapsulage,
- capsules d'étain pour échantillons liquides,
- capsules d'étain pour échantillons solides.

*Note:*

pour limiter les risques d'évaporation des échantillons d'éthanol, il est possible de placer dans les capsules un matériau absorbant (par exemple *chromosorb W 45-60 mesh*) dont on aura vérifié préalablement par une mesure à blanc qu'il ne comporte pas de quantité significative de carbone susceptible d'altérer les mesures.

Lors de l'utilisation d'un analyseur élémentaire équipé d'un injecteur pour liquides ou dans le cas d'un système de préparation par chromatographie-combustion, le matériel de laboratoire suivant est utilisé:

- seringue pour liquides,
- flacons équipés d'un système de fermeture étanche et de septa inertes.

Les matériels de laboratoire indiqués dans les listes ci-dessus constituent des exemples et sont susceptibles d'être remplacés par d'autres matériels de performances équivalentes selon le type d'appareillage de combustion et de spectrométrie de masse utilisé par le laboratoire.

6.2.2. *Systèmes autonomes de préparation*

Dans ce cas, les échantillons de dioxyde de carbone résultant de la combustion des échantillons à analyser et de la référence sont collectés dans des ampoules qui sont ensuite installées au double système d'entrée du spectromètre pour réaliser l'analyse isotopique. Plusieurs types d'appareillages de combustion décrits dans la littérature sont utilisables:

- système clos de combustion rempli avec du gaz oxygène circulant,
- analyseur élémentaire avec flux d'hélium et d'oxygène,

▼ **M10**

- ampoule scellée en verre remplie avec de l'oxyde de cuivre (II) comme agent d'oxydation.

## 7. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS POUR ESSAI

L'éthanol doit être extrait à partir du vin avant détermination isotopique. Cette extraction est effectuée par la distillation du vin comme décrit au point 3.1 de la méthode n° 8 (RMN-FINS).

Dans le cas du moût de raisins, du moût de raisins concentré et du moût de raisins concentré rectifié, les sucres doivent être fermentés en éthanol d'abord comme décrit au point 3.2 de la méthode n° 8.

## 8. MODE OPÉRATOIRE

Toutes les étapes préparatoires doivent être effectuées sans aucune perte significative d'éthanol par évaporation qui changerait la composition isotopique de l'échantillon.

La description qui suit fait référence aux procédures généralement utilisées pour la combustion des échantillons d'éthanol au moyen des systèmes automatisés de combustion commerciaux. Toute autre méthode, assurant que l'échantillon d'éthanol est quantitativement converti en dioxyde de carbone sans aucune perte par évaporation d'éthanol peut convenir pour la préparation du dioxyde de carbone pour l'analyse isotopique.

Procédure expérimentale fondée sur l'utilisation d'un analyseur élémentaire:

## a) mise en capsule des échantillons:

- utiliser des capsules, une pince et un plateau de préparation propres,
- prendre une capsule de la dimension appropriée à l'aide de la pince,
- introduire le volume nécessaire de liquide dans la capsule à l'aide de la micropipette,

— *Note:*

3,84 mg d'éthanol absolu ou 4,17 mg de distillat ayant un titre alcoolique de 92 % m/m sont nécessaires pour obtenir 2 mg de carbone. La quantité appropriée de distillat doit être calculée de la même manière selon la quantité de carbone nécessaire en fonction de la sensibilité de l'instrumentation de spectrométrie de masse.

- refermer la capsule à l'aide des pinces,
- chaque capsule doit être fermée de façon absolument étanche. Dans le cas contraire, elle doit être rejetée et une nouvelle capsule doit être réparée,
- pour chaque échantillon, préparer deux capsules,
- placer les capsules à l'endroit approprié sur le plateau du passeur automatique d'échantillon de l'analyseur élémentaire. Chaque capsule doit être soigneusement identifiée par un numéro d'ordre,
- placer systématiquement des capsules contenant les références de travail au début et à la fin de la série d'échantillons,
- insérer régulièrement des échantillons de contrôle dans la série d'échantillons;

## b) contrôle et ajustement de l'instrumentation d'analyse élémentaire et de spectrométrie de masse

- ajuster la température des fours de l'analyseur élémentaire et les flux de gaz d'hélium et d'oxygène pour une combustion optimale de l'échantillon,
- vérifier l'absence de fuite dans le système d'analyse élémentaire et de spectrométrie de masse (par exemple en contrôlant le courant ionique pour  $m/z = 28$  correspondant à  $N_2$ ),
- ajuster le spectromètre de masse pour mesurer les intensités des courants ioniques pour  $m/z = 44, 45$  et  $46$ ,

▼ **M10**

— vérifier le système à l'aide d'échantillons de contrôle connus avant de commencer les mesures sur les échantillons;

## c) déroulement d'une série de mesures

Les échantillons placés sur le passeur automatique d'échantillons de l'analyseur élémentaire (ou du chromatographe) sont introduits successivement. Le dioxyde de carbone de chaque combustion d'échantillon est élué vers le spectromètre de masse qui mesure les courants ioniques. L'ordinateur interfacé à l'instrumentation enregistre les intensités des courants ioniques et calcule les valeurs  $\delta$  pour chaque échantillon (9).

## 9. CALCUL

L'objectif de la méthode est de mesurer le rapport isotopique  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  de l'éthanol extrait à partir du vin ou à partir des produits dérivés du raisin après fermentation. Le rapport isotopique  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  peut être exprimé par sa déviation par rapport à une référence de travail. La déviation isotopique carbone 13 ( $\delta^{13}\text{C}$ ) est alors calculée sur une échelle delta pour mille ( $\delta/1000$ ) par comparaison des résultats obtenus pour l'échantillon à mesurer contre ceux de la référence de travail précédemment calibrée par rapport à la référence primaire internationale (V-PDB). Les valeurs  $\delta^{13}\text{C}$  sont exprimées par rapport à la référence de travail selon:

$$\delta^{13}\text{C}_{\text{ech/ref}} \text{ ‰} = 1\,000 \times (R_{\text{ech}} - R_{\text{ref}}) / R_{\text{ref}}$$

où  $R_{\text{ech}}$  et  $R_{\text{ref}}$  sont respectivement les rapports isotopiques  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  de l'échantillon et ceux du dioxyde de carbone utilisé comme gaz de référence.

Les valeurs  $\delta^{13}\text{C}$  sont alors exprimées par rapport au V-PDB selon:

$$\delta^{13}\text{C}_{\text{ech/V-PDB}} \text{ ‰} = \delta^{13}\text{C}_{\text{ech/ref}} + \delta^{13}\text{C}_{\text{ref/V-PDB}} + (\delta^{13}\text{C}_{\text{ech/ref}} \times \delta^{13}\text{C}_{\text{ref/V-PDB}}) / 1\,000$$

où  $\delta^{13}\text{C}_{\text{ref/V-PDB}}$  est la déviation isotopique préalablement déterminée pour la référence de travail contre le V-PDB.

Pendant la mesure en ligne, des petites dérives dues à la variation des conditions instrumentales peuvent être observées. Dans ce cas, les  $\delta^{13}\text{C}$  des échantillons doivent être corrigés en fonction de la différence de la valeur  $\delta^{13}\text{C}$  mesurée pour l'échantillon standard de travail et sa valeur vraie, précédemment calibrée contre le V-PDB par comparaison avec l'un des matériaux de référence international. Entre deux mesures de l'échantillon standard de travail, la dérive, et donc la correction à appliquer aux résultats des échantillons, peuvent être assumées linéaires. L'échantillon standard de travail doit être mesuré en début et en fin de toute série d'échantillons. Une correction peut ensuite être calculée pour chaque échantillon au moyen d'une interpolation linéaire.

## 10. ASSURANCE QUALITÉ ET CONTRÔLE

Contrôler que la valeur  $^{13}\text{C}$  pour la référence de travail ne diffère pas de plus de 0,5 ‰ de la valeur admise. En cas contraire, les réglages de l'instrumentation du spectromètre devront être contrôlés et éventuellement réajustés.

Pour chaque échantillon, vérifier que la différence de résultat entre les deux capsules mesurées successivement est inférieure à 0,3 ‰. Le résultat final pour un échantillon donné est alors la valeur moyenne des deux capsules. Si la déviation est plus élevée que 0,3 ‰, la mesure doit être répétée.

Un contrôle du fonctionnement correct de la mesure peut être fondé sur l'intensité du courant ionique pour  $m/z = 44$  qui est proportionnel à la quantité de carbone injectée dans l'analyseur élémentaire. Dans les conditions type, l'intensité de ce courant ionique devrait être pratiquement constante pour les échantillons en analyse. Une déviation significative doit conduire à soupçonner une évaporation d'éthanol (par exemple une capsule imparfaitement scellée) ou bien une instabilité de l'analyseur élémentaire ou du spectromètre de masse.

## 11. CARACTÉRISTIQUES DE PERFORMANCE DE LA MÉTHODE (PRÉCISION)

Une première étude collaborative (11.1) a été réalisée sur des distillats comportant des alcools d'origine vinique, et des alcools de canne et de betterave ainsi que différents mélanges de ces trois origines. Cette étude n'ayant pas pris en compte l'étape de distillation, des informa-

▼ **M10**

tions complémentaires provenant d'autres essais interlaboratoires réalisés sur des vins (11.2), et notamment des circuits de tests d'aptitudes (11.3), pour les mesures isotopiques, ont également été considérées. Les résultats démontrent que les différents systèmes de distillation utilisés dans des conditions satisfaisantes, et en particulier ceux applicables pour les mesures RMN-FINS, n'apportent pas de variabilité significative pour les déterminations  $\delta^{13}\text{C}$  de l'éthanol du vin. Les paramètres de fidélité observés pour les vins sont quasiment identiques à ceux obtenus lors de l'étude collaborative (11.1) sur les distillats.

11.1. **Étude collaborative sur les distillats**

Année de l'essai interlaboratoires: 1996

Nombre de laboratoires: 20

Nombre d'échantillons: 6 échantillons en double aveugle

Analyte:  $\delta^{13}\text{C}$  de l'éthanol

| Code des échantillons | Alcool d'origine vinique | Alcool de betterave | Alcool de canne |
|-----------------------|--------------------------|---------------------|-----------------|
| A & G                 | 80 %                     | 10 %                | 10 %            |
| B & C                 | 90 %                     | 10 %                | 0 %             |
| D & F                 | 0 %                      | 100 %               | 0 %             |
| E & I                 | 90 %                     | 0 %                 | 10 %            |
| H & K                 | 100 %                    | 0 %                 | 0 %             |
| J & L                 | 0 %                      | 0 %                 | 100 %           |

| Échantillons   | A/G     | B/C     | D/F     | E/I     | H/K     | J/L     |
|--|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| Nombre de laboratoires retenus après élimination des résultats aberrants | 19      | 18      | 17      | 19      | 19      | 19      |
| Nombre de résultats acceptés   | 38      | 36      | 34      | 38      | 38      | 38      |
| Valeur moyenne ( $\delta^{13}\text{C}$ ) ‰                               | - 25,32 | - 26,75 | - 27,79 | - 25,26 | - 26,63 | - 12,54 |
| $S_r^2$  | 0,0064  | 0,0077  | 0,0031  | 0,0127  | 0,0069  | 0,0041  |
| Écart-type de répétabilité ( $S_r$ ) ‰                                   | 0,08    | 0,09    | 0,06    | 0,11    | 0,08    | 0,06    |
| Limite de répétabilité $r$ ( $2,8 \times S_r$ ) ‰                        | 0,22    | 0,25    | 0,16    | 0,32    | 0,23    | 0,18    |
| $S_R^2$  | 0,0389  | 0,0309  | 0,0382  | 0,0459  | 0,0316  | 0,0584  |
| Écart-type de reproductibilité ( $S_R$ ) ‰                               | 0,20    | 0,18    | 0,20    | 0,21    | 0,18    | 0,24    |
| Limite de reproductibilité $R$ ( $2,8 \times S_R$ ) ‰                    | 0,55    | 0,49    | 0,55    | 0,60    | 0,50    | 0,68    |



▼ **M10**11.2. **Étude interlaboratoires sur deux vins et un alcool**

Année de l'essai interlaboratoires: 1996

Nombre de laboratoires: 14 pour la distillation des vins dont 7 pour également la mesure  $\delta^{13}\text{C}$  de l'éthanol des vins,  
8 pour la mesure  $\delta^{13}\text{C}$  de l'échantillon d'alcool

Nombre d'échantillons: 3 (vin blanc TAV 9,3 % vol., vin blanc de TAV 9,6 % vol. et alcool de titre alcoométrique 93 % m/m)

Analyte:  $\delta^{13}\text{C}$  de l'éthanol

| Échantillons  | Vin rouge | Vin blanc | Alcool  |
|---|-----------|-----------|---------|
| Nombre de laboratoires                              | 7         | 7         | 8       |
| Nombre de résultats acceptés                        | 7         | 7         | 8       |
| Valeur moyenne ( $\delta^{13}\text{C}$ ) ‰          | - 26,20   | - 26,20   | - 25,08 |
| Variance de reproductibilité $S_R^2$                | 0,0525    | 0,0740    | 0,0962  |
| Écart-type de reproductibilité ( $S_R$ ) ‰          | 0,23      | 0,27      | 0,31    |
| Limite de reproductibilité R ( $2,8 \times S_R$ ) ‰ | 0,64      | 0,76      | 0,87    |

Différents systèmes de distillation ont été utilisés par les laboratoires participants. Les déterminations isotopiques  $\delta^{13}\text{C}$  réalisées dans un seul laboratoire sur l'ensemble des distillats retournés par les participants ne montrent ni valeur aberrante ni valeur significativement distincte des valeurs moyennes. La variance des résultats ( $S^2 = 0,0059$ ) est comparable aux variances de répétabilité  $S_r^2$  de l'étude collaborative sur les distillats (11.1).

11.3. **Résultats des exercices des circuits d'aptitude aux essais isotopiques**

Depuis décembre 1994, des exercices d'aptitude internationaux pour les déterminations isotopiques sur les vins et alcools (distillats de TAV 96 % vol) sont organisés régulièrement. Les résultats permettent aux laboratoires participants de contrôler la qualité de leurs analyses. L'exploitation statistique des résultats permet d'apprécier la variabilité des déterminations dans des conditions de reproductibilité et donc d'estimer les paramètres de variance et de limite de reproductibilité. Les résultats obtenus pour les déterminations  $\delta^{13}\text{C}$  de l'éthanol des vins et distillats sont résumés dans le tableau suivant:

| Date           | Vins |       |         |      | Distillats |       |         |      |
|----------------|------|-------|---------|------|------------|-------|---------|------|
|                | N    | $S_R$ | $S_R^2$ | R    | N          | $S_R$ | $S_R^2$ | R    |
| Décembre 1994  | 6    | 0,210 | 0,044   | 0,59 | 6          | 0,151 | 0,023   | 0,42 |
| Juin 1995      | 8    | 0,133 | 0,018   | 0,37 | 8          | 0,147 | 0,021   | 0,41 |
| Décembre 1995  | 7    | 0,075 | 0,006   | 0,21 | 8          | 0,115 | 0,013   | 0,32 |
| Mars 1996      | 9    | 0,249 | 0,062   | 0,70 | 11         | 0,278 | 0,077   | 0,78 |
| Juin 1996      | 8    | 0,127 | 0,016   | 0,36 | 8          | 0,189 | 0,036   | 0,53 |
| Septembre 1996 | 10   | 0,147 | 0,022   | 0,41 | 11         | 0,224 | 0,050   | 0,63 |
| Décembre 1996  | 10   | 0,330 | 0,109   | 0,92 | 9          | 0,057 | 0,003   | 0,16 |

▼ **M10**

| Date             | Vins |                |                             |      | Distillats |                |                             |      |
|------------------|------|----------------|-----------------------------|------|------------|----------------|-----------------------------|------|
|                  | N    | S <sub>R</sub> | S <sup>2</sup> <sub>R</sub> | R    | N          | S <sub>R</sub> | S <sup>2</sup> <sub>R</sub> | R    |
| Mars 1997        | 10   | 0,069          | 0,005                       | 0,19 | 8          | 0,059          | 0,003                       | 0,16 |
| Juin 1997        | 11   | 0,280          | 0,079                       | 0,78 | 11         | 0,175          | 0,031                       | 0,49 |
| Septembre 1997   | 12   | 0,237          | 0,056                       | 0,66 | 11         | 0,203          | 0,041                       | 0,57 |
| Décembre 1997    | 11   | 0,127          | 0,016                       | 0,36 | 12         | 0,156          | 0,024                       | 0,44 |
| Mars 1998        | 12   | 0,285          | 0,081                       | 0,80 | 13         | 0,245          | 0,060                       | 0,69 |
| Juin 1998        | 12   | 0,182          | 0,033                       | 0,51 | 12         | 0,263          | 0,069                       | 0,74 |
| Septembre 1998   | 11   | 0,264          | 0,070                       | 0,74 | 12         | 0,327          | 0,107                       | 0,91 |
| Moyenne pondérée |      | 0,215          | 0,046                       | 0,60 |            | 0,209          | 0,044                       | 0,59 |

N: nombre de laboratoires participants.

11.4. **Limites de répétabilité et de reproductibilité**

Les données des différents exercices interlaboratoires présentées dans les tableaux précédents permettent donc d'établir pour la présente méthode, en incluant également l'étape de distillation, les limites de répétabilité et de reproductibilité suivantes:

Limite de répétabilité r: 0,24

Limite de reproductibilité R: 0,6.