

Titre alcoométrique volumique

1. DEFINITION

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, sont compris dans le titre alcoométrique, car ils se retrouvent dans le distillat.

2. PRINCIPE DES METHODES

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

2.2. *Méthode de Type IV:*

- A. Détermination du titre alcoométrique du distillat par aréométrie
- B. Détermination du titre alcoométrique du distillat par réfractométrie

3. Obtention du distillat

3.1. Réactifs et 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:

- un générateur de vapeur d'eau;
- un barboteur;
- une colonne rectificatrice;
- 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:

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

Suspension d'hydroxyde de calcium 2 M

Obtenue en versant avec précaution 1 l d'eau chaude (60-70°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 2 M et quelques fragments d'une matière poreuse inerte (pierre ponce, etc./) 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 ± 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).

Précautions de sécurité

Respecter les consignes de sécurité relatives à l'utilisation des appareils de distillation, à la manipulation des solutions hydroalcooliques et des produits de nettoyage.

4. Détermination du titre alcoométrique du distillat par Aréométrie ou Réfractométrie (Méthode de type IV)

4.1. Aréométrie

4.1.1. Appareillage

- Alcoomètre

L'alcoomètre doit répondre aux spécifications pour les appareils de la classe I ou de la classe II définies dans la Recommandation Internationale no 44 «*Alcoomètres et aréomètres pour l'alcool*» de l'O.I.M.L. (Organisation Internationale de Métrologie Légale).

- Thermomètre gradué en degrés et $1/10^{\circ}$ de degré de 0 à 40 °C, vérifié au vingtième de degré près.
- Éprouvette cylindrique de 36 mm de diamètre et 320 mm de hauteur tenue verticalement grâce à un support à vis calantes.

4.1.2. Mode opératoire

Verser le distillat dans l'éprouvette cylindrique. Tenir cette éprouvette bien verticalement. Introduire le thermomètre et l'alcoomètre. La lecture du thermomètre est faite 1 min. après avoir agité pour réaliser l'égalité de température de l'éprouvette, du thermomètre, de l'alcoomètre et du distillat. Retirer le thermomètre et lire le titre alcoométrique apparent après 1 min. de repos. Faire au moins trois lectures en s'aidant d'une loupe. Le titre apparent mesuré à t °C sera corrigé de l'action de la température à l'aide de la table II.

Il faut que la température du liquide soit peu différente de la température ambiante (5 °C de différence au plus).

4.2. Réfractométrie

4.2.1. Appareillage

- Réfractomètre permettant la mesure des indices de réfraction compris entre 1,330 et 1,346.

Selon le type d'appareil, les mesures seront faites:

- soit à 20 °C, grâce à un dispositif approprié,
- soit à la température ambiante t °C, mesurée au moyen d'un thermomètre permettant de la déterminer à 0,05 °C près au moins. Une table de correction de température sera fournie avec l'appareil..

4.2.2. *Mode opératoire*

La mesure de l'indice de réfraction est effectuée sur le distillat de vin (3.3) en suivant le mode opératoire prescrit pour le type d'appareil utilisé.

4.2.3. *Expression des résultats*

L'indice de réfraction à 20 °C est reporté dans la table IV pour obtenir le titre alcoométrique.

Remarque: La table IV donne la correspondance entre les indices de réfraction des mélanges hydroalcooliques purs et des distillats de vin. Dans le cas des distillats de vin, elle tient compte des impuretés du distillat (alcools supérieurs principalement). La présence de méthanol se traduit par une diminution de l'indice de réfraction et donc du titre alcoométrique.

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 dans sa Recommandation n° 22 et adoptée par l'OIV (Assemblée générale de 1974). Dans l'Annexe II est donnée l'équation générale reliant le titre alcoométrique volumique et la masse volumique des mélanges hydroalcooliques en fonction de la température.

BIBLIOGRAPHIE

– *Distillation:*

- HANAK A.. *Chem. Zgt.*. 1932. **56**. 984.
COLOMBIER L.. CLAIR E.. *Ann. Fals. Fraudes.* 1936. **29**. 411.
POZZI-ESCOT E.. *Ind. Agr. Aliment.*. 1949. **66**. 119.
JAULMES P.. *Analyse des vins.* 1951. 49.
SCHNEYDER J.. *Mitt. Klosterneuburg. Rebe und Wein.* 1960. **10**. 228.
SCHNEYDER J.. KASCHNITZ L.. *Mitt. Klosterneuburg. Rebe und Wein.* 1965. **15**. 132.

– *Réfractométrie:*

- NEWTON W.. MURNO F.L.. *Can. Chem. Met.*. 1933. **17**. 119.
SAMPIETRO C.. INVERNIZZI I.. *Ann. Chem. Appl.*. 1940. **30**. 381.
FISCHL P.F.. *Food Manufacture.* 1942. **17**. 198.
JAULMES P.. LAVAL J.P.. *Trav. Soc. Pharm. Montpellier.* 1961. **21**. 21.
JAULMES P.. BRUN Mme S.. LAVAL J.P.. *Ann. Fals. Exp. Chim.*. 1965. **58**. 304;
Bull. Union National. OEnologues. 1964. **13**. 17.

– *Tables alcoométriques:*

- TABLES ALCOOMETRIQUES FRANCAISES. *J.O. Républ. française.* 30 déc. 1884. 6895.
WINDISCH K.. d'après LUNGE G.. BERL E.. *Chem. techn. Untersuchungs Methoden.*
Berlin 1924. 7e éd.. 1893. **4**. 274.
OSBORNE N.S.. MCKELVY E.C.. BEARCE H.W.. *Bull. Bur. of Standards.* Washington.
1913. **9**. 328.
FROST A.V.. *Recherches dans le domaine du poids spécifique des mélanges d'alcool
éthylrique et d'eau.* Institut des réactifs chimiques purs. U.R.S.S.. 1930. No. 9. d'après
J. SPAEPEN.
HEIDE C. von der. MANDLEN H.. *Z. Untersuch. Lebensm.*. 1933. **66**. 338.
KOYALOVICS B.. 8e Conférence générale des Poids et Mesures. Moscou 1933.
FERTMANN G.I.. *Tables de renseignements pour le contrôle de la fabrication de l'alcool.*
Pischerpoomizdat. Moscou 1940.
REICHARD O.. *Neue Alkohol u. Extract. Tafel 20°/20°.* Verlag Hans Carl. Nürnberg 1951.
JAULMES P.. MARIGNAN R.. *Ann. Fals. Fraudes.* 1953. **46**. 208 et 336.
SPAEPEN J.. *Rev. de Métrologie.* 1955. 411; *Bull. belge de Métrologie.* 1955. numéro d'avril.
JAULMES P.. BRUN Mme S.. *Ann. Fals. Exp. Chim.*. 1963. **46**. 143; 1965. **48**. 58;
1966. **49**. 35; 1967. **50**. 101-147; *Trav. Soc. Pharm. Montpellier.* 1966. **26**. 37 et 111.
JAULMES P.. MARIGNAN R.. *Bull. O.I.V.*. 1953. **274**. 28. 32.
JAULMES P.. BRUN Mme S.. TEP Y.. *Trav. Soc. Pharm.*. 1968. **28**. 111.
KAWASAKI T.. MINOVA Z.. INAMATSU T.. *A new alcohometric specific gravity table.*
National Research of Metrology. Tokio 1967.
TEP Y.. *Etude d'une table alcoométrique internationale.* Thèse Doc. Pharm.
Montpellier. 1968

