

**RECUEIL DES METHODES INTERNATIONALES D'ANALYSE  
DES BOISSONS SPIRITUEUSES D'ORIGINE VITIVINICOLE**

Determination de l'extrait sec total par gravimetrie

**Méthode OIV-MA-BS-09**

**Determination de l'extrait sec total par gravimetrie**

**Méthode de type II**

**1. Champ d'application**

Cette méthode convient pour la détermination de l'extrait sec des boissons spiritueuses d'origine vitivinicole contenant moins de 15 g/L de matières sèches.

**2. Références normatives**

ISO 3696:1987 Eau pour laboratoire à usage analytique - Spécification et méthodes d'essai

**3. 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.

**4. Principe**

Pesée du résidu laissé par l'évaporation de la boisson spiritueuse sur un bain-marie bouillant et traitement dans une étuve à dessiccation.

**5. Appareillage et matériel**

5.1 Capsule cylindrique en inox à fond plat de dimensions permettant d'éviter des pertes de liquide lors de l'évaporation.

5.2 Bain-marie bouillant.

5.3 Pipette de 25 ml de classe A.

5.4 Étuve à dessiccation.

5.5 Dessiccateur.

5.6 Balance analytique d'une sensibilité de 0,1 mg.

**RECUEIL DES METHODES INTERNATIONALES D'ANALYSE  
DES BOISSONS SPIRITUEUSES D'ORIGINE VITIVINICOLE**

**Determination de l'extrait sec total par gravimetrie**

**6. Échantillonnage et échantillons**

Les échantillons sont stockés à température ambiante avant l'analyse.

**7. Mode opératoire**

7.1 Introduire à la pipette 25 ml de boisson spiritueuse dans une capsule cylindrique (5.1), préalablement tarée. Pendant la première heure d'évaporation, la capsule est placée sur le couvercle d'un bain-marie bouillant de sorte que le liquide ne soit pas porté à ébullition, ce qui pourrait provoquer des pertes par projection. Laisser encore une heure directement en contact avec la vapeur du bain-marie bouillant.

7.2 Terminer la dessiccation en plaçant la capsule dans une étuve à  $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$  pendant deux heures. Laisser refroidir la capsule dans un dessiccateur et peser la capsule et son contenu.

**8. Calcul**

La masse du résidu multipliée par 40 est égale à l'extrait sec contenu dans la boisson spiritueuse, qui doit être exprimé en g/l avec une décimale.

**9. Caractéristiques de performance de la méthode (précision)**

9.1 Résultats statistiques de l'essai interlaboratoire

Les données suivantes proviennent d'une étude internationale sur les performances de la méthode, sur des boissons spiritueuses diverses, réalisée conformément aux procédures établies au niveau international.

**RECUEIL DES METHODES INTERNATIONALES D'ANALYSE  
DES BOISSONS SPIRITUEUSES D'ORIGINE VITIVINICOLE**

**Determination de l'extrait sec total par gravimetrie**

Année de l'essai interlaboratoire	1997
Nombre de laboratoires	10
Nombre d'échantillons	4

Échantillons	A	B	C	D
Nombre de laboratoires retenus après élimination des résultats aberrants	9	9	8	9
Nombre de résultats aberrants (laboratoires)	1	1	2	-
Nombre de résultats acceptés	18	18	16	18
Valeur moyenne ( $\bar{x}$ ) g/l	9,0	9,1	10,0	11,8
		7,8	9,4	11,1
Écart-type de répétabilité ( $s_r$ ) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123
Écart-type relatif de répétabilité (RSD <sub>r</sub> ) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Limite de répétabilité (r) g/l	0,2	1,2	0,1	0,3
Écart-type de reproductibilité ( $s_R$ ) g/l	0,148	0,451	0,058	0,210
Écart-type relatif de reproductibilité (RSD <sub>R</sub> ) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Limite de reproductibilité (R) g/l	0,4	1,3	0,2	0,6

**RECUEIL DES METHODES INTERNATIONALES D'ANALYSE  
DES BOISSONS SPIRITUEUSES D'ORIGINE VITIVINICOLE**

**Determination de l'extrait sec total par gravimetrie**

Types d'échantillons

- A Brandy; doubles en aveugle
- B Rhum; doubles avec une teneur différente
- C Grappa; doubles avec une teneur différente
- D Aquavit; doubles avec une teneur différente

**RECUEIL DES METHODES INTERNATIONALES D'ANALYSE  
DES BOISSONS SPIRITUEUSES D'ORIGINE VITIVINICOLE**

**Determination de l'extrait sec total par gravimetrie**

**10. Bibliographie**

Règlement (CE) N° 2870/2000 de la Commission du 19 décembre 2000 établissant des méthodes d'analyse communautaires de référence applicables dans le secteur des boissons spiritueuses, *J.O.C.E. du 29 décembre 2000, L333/20*

P. Brereton, S. Hasnip, A. Bertrand, R. Wittkowski, C. Guillou, Analytical methods for the determination of spirit drinks, *Trends in Analytical Chemistry*, Vol. 22, No. 1, 19-25, 2003