

RESOLUTION OENO 3/2006

ETUDE COLLABORATIVE – TITRAGE DU DIOXYDE DE CARBONE DANS LES VINS PETILLANTS ET MOUSSEUX

L'ASSEMBLEE GENERALE,

VU l'Article 2, paragraphe 2 iv de l'accord du 3 avril 2001 portant création de l'Organisation internationale de la vigne et du vin,

SUR PROPOSITION de la Sous-Commission des méthodes d'analyse et d'appréciation des vins,

DECIDE de compléter la méthode de titrage du CO₂ figurant dans le Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts par les résultats de l'étude de validation et de modifier la méthode en Type II avec une gamme de concentration jusqu'à 1.5 g/L.

- Etude collaborative -

Titrage du dioxyde de carbone dans les vins pétillants et mousseux

- Rapport sur les résultats obtenus-

1. Objectif de l'étude

L'objectif de l'étude est de déterminer les caractéristiques de répétabilité et de reproductibilité de la méthode de référence (MA-F-AS314-01-DIOCAR) pour le titrage du CO₂ dans les vins pétillants et mousseux.

Les définitions de l'OIV et les limites de CO₂ sont disponibles dans la résolution OENO 1/2002.

2. Besoins et objectifs de l'étude

La méthode de référence pour le titrage du CO₂ n'incluant pas des données de précision, c'est à cette fin que ces essais collaboratifs ont été menés.

En raison de la particularité analytique de cette méthode, le protocole de validation

conventionnel n'a pas pu être complètement respecté. Sur une bouteille d'échantillon, on n'a pu effectuer qu'une seule détermination indépendante. Chaque bouteille a dû être considérée comme individuelle. Il n'a donc pas été possible de procéder aux essais d'homogénéité prévus d'ordinaire dans le cadre des enquêtes préliminaires d'une étude collaborative. Il a donc fallu travailler en étroite collaboration avec les producteurs afin d'avoir un matériau d'essai homogène.

Les échantillons ont été prélevés dans un lot au cours du remplissage des bouteilles, directement sur la ligne de remplissage dans un court intervalle de temps, en supposant donc que le CO₂ avait été distribué de manière homogène dans toutes les bouteilles.

L'étude a été conçue comme une série de répétitions en aveugle. L'anonymat complet des échantillons n'a pas pu être garanti car les partenaires/producteurs impliqués dans l'étude utilisaient différents types de bouteilles et/ou d'obturateurs pour les différents échantillons. Il a donc fallu se fier à l'honnêteté des laboratoires participant à l'étude à qui on a demandé de réaliser une analyse indépendante des données, sans modification de ces données.

3. Objet et domaine d'application

1. La méthode est quantitative.
2. la méthode est applicable pour le titrage alcoométrique du CO₂ dans les vins pétillants et mousseux pour vérifier le respect des normes.

4. Matériaux et matrices

L'étude collaborative a porté sur 6 échantillons différents. Ceux-ci ont tous été envoyés en répliques en aveugle. Au total 12 bouteilles ont donc été distribuées aux participants.

Tableau 1 : Echantillons et codes

Echantillon	Code bouteille	Type
Echant. A	(Code 1 + 9)	Vin mousseux
Echant. B	(Code 2 + 5)	Vin pétillant
Echant. C	(Code 3 + 4)	Vin mousseux

Echant. D	(Code 6 + 10)	Vin pétillant
Echant. E	(Code 7 + 11)	Vin pétillant
Echant. F	(Code 8 + 12)	Vin mousseux (rouge)

5. Mesures de contrôle

La méthode étudiée dans le présent document est déjà approuvée dans la pratique. Seules les données de précision manquantes devaient être déterminées par l'étude collaborative. Il n'a pas été nécessaire d'effectuer d'essai préliminaire car la plupart des laboratoires utilisaient déjà la méthode de référence pour leurs analyses usuelles.

6. Méthode à suivre et pièces justificatives

Toutes les pièces justificatives nécessaires ont été fournies aux participants (lettre d'accompagnement, référence de la méthode d'analyse, formulaire de réception de l'échantillon et fiche de résultats). La détermination de la teneur de CO₂ devait être exprimée en g/l.

7. Analyse des données

1. La détermination des valeurs aberrantes a été évaluée par le test de Cochran, le test de Grubbs unilatéral et le test de Grubbs bilatéral.
2. Une analyse statistique a été effectuée pour obtenir les données de répétabilité et reproductibilité
3. Les valeurs de HORRAT ont été calculées.

8. Participants

13 laboratoires appartenant à plusieurs pays ont participé à l'étude collaborative. On a attribué un code à chaque laboratoire. Les laboratoires participants ont une expérience reconnue dans l'analyse du CO₂ dans les vins mousseux.

Tableau 2 : Liste des participants.

Landesuntersuchungsamt D-56068 Koblenz (Coblence) ALLEMAGNE	Institut für Lebensmittelchemie und Arzneimittelprüfung D-55129 Mainz (Mayence) ALLEMAGNE
Landesuntersuchungsamt D-67346 Speyer ALLEMAGNE	Institut für Lebensmittel, Arzneimittel und Tierseuchen D-10557 BERLIN ALLEMAGNE
Servicio Central de Viticultura y Enologia E-08720 Villafranca Del Pendes ESPAGNE	Landesuntersuchungsamt D-54295 Trier (Trèves) ALLEMAGNE
Landesuntersuchungsamt D-85764 Oberschleißheim ALLEMAGNE	Instituto Agrario di S. Michele I-38010 S. Michele all Adig ITALIE
Chemisches Landes- u. Staatl. Veterinäruntersuchungsamt D-48151 Münster ALLEMAGNE	Ispettorato Centrale Repressione Frodi I-31015 Conegliano (Treviso) ITALIE
Bundesamt für Weinbau A-7000 Eisenstadt AUTRICHE	BgVV D-14195 Berlin ALLEMAGNE
Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt D-70736 Fellbach ALLEMAGNE	

9. Résultats

Pour la détermination du CO₂ les valeurs d'incertitude sont calculées directement à partir des résultats soumis. Aux fins de l'évaluation de l'étude collaborative, le calcul de la valeur Horrat est pertinent. Pour tous les échantillons on a obtenu une valeur Horrat < 2 pour la reproductibilité et la répétabilité, ce qui est convaincant pour une étude collaborative. Le Tableau 3 donne les résultats du titrage de CO₂ par échantillon.

Tableau 3 : Résumé des résultats du titrage de CO₂.

CO ₂	ECHANT. A	ECHANT. B	ECHANT. C	ECHANT. D	ECHANT. E	ECHANT. F
Moyenne [g/l]	9,401	3,344	9,328	4,382	4,645	8,642
r [g/l]	0,626	0,180	0,560	0,407	0,365	0,327
sr [g/l]	0,224	0,064	0,200	0,145	0,130	0,117
RSDr %	2,379	1,921	2,145	3,314	2,803	1,352
1. Hor	0,893	0,617	0,804	1,109	0,946	0,501
2.						
R [g/l]	1,323	0,588	0,768	0,888	0,999	0,718
sR [g/l]	0,473	0,210	0,274	0,317	0,357	0,256
RSDR %	5,028	6,276	2,942	7,239	7,680	2,967
3. HoR	1,245	1,331	0,728	1,599	1,711	0,726