RÉSOLUTION OIV-OENO 691-2025

DÉTERMINATION DES RAPPORTS ISOTOPIQUES $^{13}C/^{12}C$ ET $^{18}O/^{16}O$ DE L'ACIDE L(+)TARTRIQUE PAR SPECTROMÉTRIE DE MASSE DES RAPPORTS ISOTOPIQUES

L'ASSEMBLÉE GÉNÉRALE,

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,

CONSIDÉRANT les travaux du Groupe d'experts « Spécifications des produits œnologiques »,

DÉCIDE, sur proposition de la Commission II « Œnologie », d'amender la monographie COEI-1-LTARAC du chapitre I du *Codex œnologique international* en ajoutant la phrase suivante en italique au point 6. Caractères d'identité : « *6.5 Détermination de la source : La méthode décrite en annexe 1 peut être utilisée pour déterminer l'origine de l'acide tartrique : produit à partir de raisin ou d'origine synthétique.* »,

DÉCIDE, sur proposition de la Commission II « Œnologie », d'introduire la méthode suivante, en tant qu'annexe I, à la monographie COEI-1-LTARAC du chapitre I du *Codex œnologique international* :

ANNEXE I

DÉTERMINATION DES RAPPORTS ISOTOPIQUES $^{13}C/^{12}C$ ET $^{18}O/^{16}O$ DE L'ACIDE L(+)TARTRIQUE PAR SPECTROMÉTRIE DE MASSE DES RAPPORTS ISOTOPIQUES

INTRODUCTION

L'acide L(+)tartrique est un composé cristallin naturel présent dans de nombreux fruits, parmi lesquels le raisin. Dans le moût de raisin, sa concentration varie entre 0,2 g/L et 6 g/L.

Dans la littérature, il est démontré que les rapports isotopiques $^{13}C/^{12}C$ et $^{18}O/^{16}O$ de l'acide tartrique peuvent permettre de différencier l'acide tartrique issu du raisin de

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

l'acide tartrique de synthèse.

La méthode décrite ci-après peut être utilisée pour déterminer l'origine de l'acide tartrique : produit à partir de raisin ou d'origine synthétique.

ATTENTION : Certains réactifs utilisés au cours de ce mode opératoire sont dangereux : veillez à prendre des précautions particulières lors de leur utilisation. L'opérateur est prié de respecter les instructions indiquées sur l'étiquette du contenant du produit et de consulter les fiches de données de sécurité afin de prendre connaissance des informations spécifiques relatives à la dangerosité des réactifs utilisés et à la manière de les mettre au rebut.

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Le but de la méthode est d'analyser les rapports isotopiques $^{13}C/^{12}C$ et $^{18}O/^{16}O$ de l'acide L(+)tartrique d'une pureté non inférieure à 95 % à l'aide d'une technique de spectrométrie de masse des rapports isotopiques (SMRI).

2. TERMES ET DÉFINITIONS

Aux fins du présent document, les définitions suivantes s'appliquent :

$^{13}C/^{12}C$: rapport des isotopes carbone 13 et carbone 12 pour un échantillon donné.

$\delta^{13}C$: rapport entre les isotopes carbone 13 (^{13}C) et carbone 12 (^{12}C), exprimé en delta pour mille (‰).

$^{18}O/^{16}O$: rapport des isotopes oxygène 18 et oxygène 16 pour un échantillon donné.

$\delta^{18}O$: rapport entre les isotopes oxygène 18 et oxygène 16, exprimé en delta pour mille (‰).

V-PDB (Vienna-Pee Dee Belemnite) : étalon de référence international pour le calcul du $\delta^{13}C$.

V-SMOW (Vienna-Standard Mean Ocean Water) : étalon de référence international pour le calcul du $\delta^{18}O$.

3. PRINCIPE

L'acide L(+)tartrique d'une pureté non inférieure à 95 % est analysé. Les rapports isotopiques stables de C et de O sont analysés au moyen d'un spectromètre de masse des rapports isotopiques (SMRI) connecté à un analyseur élémentaire (AE) et à un

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

pyrolyseur (P) à partir des courants ioniques :

- m/z = 44 ($^{12}C^{16}O^{16}O$) et m/z = 45 ($^{13}C^{16}O^{16}O$) produits par le dioxyde de carbone issu de la combustion de l'échantillon au sein de l'analyseur élémentaire,
- m/z = 28 ($^{12}C^{16}O$) et m/z = 30 ($^{12}C^{18}O$) produits par le monoxyde de carbone issu de la pyrolyse de l'échantillon au sein du pyrolyseur.

4. RÉACTIFS ET MATÉRIAUX

Les réactifs et consommables dépendent de l'appareillage utilisé par le laboratoire. Il s'agit généralement d'analyseurs élémentaires pour la combustion de l'échantillon et de pyrolyseurs pour sa pyrolyse. Ces systèmes peuvent être équipés de systèmes automatiques pour l'introduction d'échantillons placés dans des capsules métalliques scellées.

Le laboratoire peut utiliser n'importe quel matériau de référence international certifié en plus de ceux indiqués dans le tableau au point 4.3.

4.1. Consommables

4.1.1. Hélium pour l'analyse (n° CAS : 07440-59-7).

4.1.2. Oxygène pour l'analyse (n° CAS : 07782-44-7).

4.1.3. Réactifs d'oxydation, de réduction et de pyrolyse pour le four et le système de combustion, tels que l'oxyde de cuivre (II) pour l'analyse élémentaire (n° CAS : 1317-38-0) ou le carbone vitreux pour la pyrolyse (n° CAS : 16291-96-6).

4.1.4. Colonne d'alumine (Al_2O_3) et de carbone vitreux pour la pyrolyse.

4.1.5. Agent dessiccateur pour éliminer l'eau produite par la combustion. Par exemple de l'anhydrone pour analyse élémentaire (perchlorate de magnésium) (n° CAS : 10034-81-8). *Pas nécessaire si le dispositif est doté d'un système d'élimination de l'eau par piégeage cryogénique ou au moyen d'un capillaire sélectivement perméable.*

4.1.6. Capsules jetables en étain et en argent.

4.2. Étalons de travail

4.2.1. Dioxyde de carbone (CO_2) (n° CAS : 00124-38-9) d'une pureté non inférieure à 99,998 % et monoxyde de carbone (CO) (n° CAS : 630-08-0) d'une pureté non

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

inférieure à 99,970 % comme gaz de référence pour la mesure.

4.2.2. Étalons de contrôle et de travail d'acide L(+)tartrique avec des valeurs de $\delta^{13}C$ et $\delta^{18}O$ calibrées par rapport à des matériaux de référence internationaux.

4.3. Matériaux de référence les plus communément utilisés

Nom	Matériau	$\delta^{13}C$ par rapport à V-PDB ‰	$\delta^{18}O$ par rapport à V-SMOW ‰
CBS (Caribou Hoof Standard)	Sabot de caribou		+2,39 ± 0,13
IAEA-600	Caféine	−27,771 ± 0,043	
IAEA-601	Acide benzoïque	−28,81 ± 0,04	+23,14 ± 0,19
IAEA-602	Acide benzoïque	−28,85 ± 0,04	+71,28 ± 0,36
IAEA-CH-7	Polyéthylène	−32,151 ± 0,05	
KHS (Kudu Horn Standard)	Corne de koudou		+21,21 ± 0,17
NBS22	Huile minérale	−30,031 ± 0,04	
USGS40	Acide glutamique	−26,39 ± 0,04	
USGS24	Graphite	−16,05 ± 0,07	
USGS42	Poudre de cheveux humains (Tibet)	−21,09 ± 0,10	+8,56 ± 0,10
USGS43	Poudre de cheveux humains (Inde)	−21,28 ± 0,10	+14,11 ± 0,10
USGS54	Poudre de bois de *Pinus contorta* canadien	−24,43 ± 0,02	+17,79 ± 0,15

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

USGS55	Poudre de bois de ziricote mexicain	−27,13 ± 0,02	+19,12 ± 0,07
USGS56	Poudre de bois de *Berchemia zeyheri* sud-africain	−24,34 ± 0,01	+27,23 ± 0,03
USGS90	Farine de millet provenant de Toscane, Italie	−13,75 ± 0,06	+35,90 ± 0,29

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et en particulier :

5.1. Spectromètre de masse des rapports isotopiques (SMRI)

Le spectromètre de masse des rapports isotopiques permet de déterminer la teneur relative de l'isotope lourd par rapport à l'isotope léger des gaz CO_2 et CO résultant de la combustion ou de la pyrolyse de l'échantillon, avec une précision interne de 0,1 ‰ pour C et de 0,2 ‰ pour O. On entend par précision interne, la différence entre deux mesures d'un même échantillon de gaz.

Le spectromètre de masse utilisé est généralement équipé d'une série de collecteurs pour mesurer simultanément les courants ioniques m/z = 44, 45 ,46 ou m/z = 28, 29, 30.

En mesurant les intensités correspondantes, le rapport isotopique $^{13}C/^{12}C$ par exemple est déterminé par les rapports d'intensité de m/z = 45 et m/z = 44 après les corrections relatives à l'espèce isobare $^{12}C^{17}O^{16}O$, dont la contribution peut être calculée en fonction de l'intensité du courant mesuré pour m/z = 46 et de l'abondance relative de ^{18}O et de ^{17}O (correction de Craig).

Pour la détermination du rapport isotopique, le spectromètre de masse doit comporter :

- Un système à double introduction (système à double entrée) pour mesurer en alternance l'échantillon et l'étalon de référence,
- Ou un système à flux continu qui transfère quantitativement les gaz résultant de

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

la combustion des échantillons et des étalons de travail dans le spectromètre de masse.

5.2. Analyseur élémentaire (AE) et pyrolyseur (P)

Équipement de combustion et de pyrolyse en mesure de convertir quantitativement l'échantillon en dioxyde de carbone (en cas de combustion) et en monoxyde de carbone (en cas de pyrolyse) ainsi que de séparer les gaz et d'éliminer l'eau sans aucun fractionnement isotopique. Cet équipement peut être soit un système à flux continu intégré au spectromètre de masse, soit un système de combustion autonome. Dans le dernier cas, les gaz sont collectés dans des contenants spéciaux qui sont ensuite reliés au SMRI.

5.3. Microbalance analytique

(intervalle min. : 0-100 mg et précision min. : 0,01 mg) pour mesurer la masse de l'échantillon à analyser (voir 6.2.1).

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1. Préparation de l'échantillon pour l'analyse

L'analyse est menée sur un échantillon d'acide tartrique en l'état avec une pureté non inférieure à 95 %. Les échantillons sont broyés dans un mortier pour les homogénéiser.

6.2. Analyse des rapports isotopiques

Pour la mesure instrumentale, on applique la procédure recommandée par les techniciens du fabricant dans le manuel de l'appareil.

La description qui suit se réfère au mode opératoire communément utilisé lors de la combustion ou de la pyrolyse d'échantillons au moyen de systèmes de combustion automatisés commerciaux. Il est possible d'utiliser d'autres méthodes qui assurent la conversion quantitative des échantillons en dioxyde de carbone et en monoxyde de carbone sans pertes par évaporation.

6.2.1. Introduction des échantillons dans les capsules et analyse

- Utiliser des capsules, des pinces et un plateau de préparation propres.

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

- Utiliser des capsules en étain pour la combustion et en argent pour la pyrolyse.
- Prendre une capsule de la bonne taille à l'aide de pinces.
- Introduire la quantité d'échantillon requise dans la capsule.

Remarque :
Il est nécessaire d'établir la quantité adéquate d'échantillon à peser de sorte que la quantité de CO (en considérant la pyrolyse) ou de CO_2 (en considérant la combustion) produite par l'échantillon et celle de l'étalon de travail (ou du matériau de référence) ne diffèrent pas de plus de 50 %. Pour se trouver dans cet intervalle d'acceptabilité, une mesure préalable révélant la quantité d'échantillon à peser doit être effectuée (si inconnue).

- Peser à l'aide d'une microbalance analytique.
- Refermer la capsule à l'aide des pinces.
- Préparer au moins deux capsules pour chaque échantillon dans le cas de l'analyse du rapport isotopique 13C/12C et trois dans le cas de l'analyse du rapport isotopique 18O/16O.
- Disposer convenablement les capsules dans le tambour de l'échantillon de l'analyseur élémentaire et/ou du pyrolyseur (si disponible). Chaque capsule doit être soigneusement identifiée par ordre numérique.
- Disposer systématiquement les capsules contenant les étalons de travail au début et à la fin de la série d'échantillons.
- Introduire régulièrement des échantillons de contrôle dans la série d'échantillons (ex. un acide tartrique du commerce préalablement calibré, voir point 4.2) afin d'établir une carte de contrôle.

6.2.2. Contrôle et réglage des instruments pour l'analyse isotopique

- Pour une combustion/pyrolyse optimale de l'échantillon, régler la température des fours de l'analyseur élémentaire/du pyrolyseur ainsi que les flux de dioxyde de carbone, d'hélium et d'oxygène gazeux, en suivant les instructions du fabricant,
- Vérifier l'absence de fuites dans le système assurant l'analyse élémentaire/la pyrolyse ainsi que la spectrométrie de masse (par exemple en vérifiant le courant

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER
© OIV 2025

ionique pour le rapport m/z = 40, qui correspond à l'argon),

- Régler le spectromètre de masse en suivant les instructions du fabricant,
- Avant de commencer à effectuer les mesures des échantillons, vérifier le système en utilisant des étalons de travail.

6.2.3. Réalisation des mesures

Les échantillons sont introduits dans l'échantillonneur automatique de l'analyseur élémentaire/du pyrolyseur. Les gaz issus de la combustion de chaque échantillon sont ensuite transférés au sein du spectromètre de masse, qui mesure les courants ioniques. L'ordinateur, relié à l'appareillage, enregistre l'intensité des courant ioniques et calcule les valeurs δ pour chaque échantillon.

7. CALCULS

7.1. Correction et expression des données isotopiques

Selon le protocole de l'IUPAC, les valeurs $^{13}C/^{12}C$ et $^{18}O/^{16}O$ sont exprimées en échelle delta (δ‰) par rapport aux étalons internationaux V-PDB (Vienna-Pee Dee Belemnite) et V-SMOW (eau océanique), selon l'équation 1 :

$$(1)\delta_{ref}({}^{i}E/{}^{j}E,sample) = \left[\frac{R({}^{i}E/{}^{j}E,sample)}{R({}^{i}E/{}^{j}E,ref)}\right] - 1$$

où *ref* est l'étalon international de mesure, *sample* l'échantillon analysé et ${}^{i}E/{}^{j}E$ le rapport isotopique entre les isotopes plus lourds et les plus légers. Les valeurs delta sont multipliées par 1000 et exprimées en unités « pour mille » (‰).

Les données sont généralement fournies par l'instrument et se réfèrent aux gaz étalons utilisés pour l'analyse (CO_2 et CO). Il est nécessaire de procéder à la correction et à la normalisation des données obtenues. Au moins deux matériaux de référence internationaux (voir tableau 4.3.) ou étalons de travail (préalablement étalonnés) doivent être placés au début et à la fin de la séquence analytique et avoir des valeurs certifiées aux extrémités de l'intervalle de mesure, à la fois pour l'analyse du carbone (par ex., USGS 24 et 55) et pour l'analyse de l'oxygène (par ex., IAEA 601 et 602). Les deux points fournis par les matériaux de référence (ou étalons de travail) permettent

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

de construire une droite d'interpolation et de calculer l'équation correspondante qui sert ensuite à corriger l'ensemble des données obtenues.

7.2. Contrôle qualité des analyses

- La valeur moyenne obtenue pour les étalons de travail ou internationaux utilisés par le laboratoire doit être comprise dans l'intervalle de validité établi par celui-ci lors de la phase d'étalonnage ou indiqué dans le certificat.
- La différence entre les deux mesures répétées d'un même échantillon doit être inférieure à 0,3 ‰ pour l'analyse du carbone et 0,5 ‰ pour celle de l'oxygène.

7.3. Estimation de la répétabilité et de la reproductibilité de la méthode

L'étude interlaboratoires a été conduite entre juin et septembre en 2022, avec la participation de neuf laboratoires internationaux différents, et a permis d'estimer la répétabilité et la reproductibilité de la méthode. Les études de répétabilité et de reproductibilité ont été conduites sur cinq échantillons d'acide L-tartrique en double aveugle (10 échantillons au total) présentant des valeurs $\delta^{13}C$ et $\delta^{18}O$ différentes. Chaque laboratoire s'est également vu fournir deux étalons internationaux présentant des valeurs certifiées [CBS, sabot de caribou (avec une valeur certifiée de $\delta^{18}O$ = +2,39 ‰ et de $\delta^{13}C$ = −22,63 ‰) et USGS90, farine de millet (avec une valeur certifiée de $\delta^{18}O$ = +35,90 ‰ et de $\delta^{13}C$ = −13,75 ‰)] afin de procéder à la correction des données avec une droite à deux points.
Les données de l'étude ont été fournies par :

1. Fondazione Edmund Mach – San Michele all'Adige (Trente) – Italie
2. Agenzia Dogane Monopoli – Laboratorio chimico di Torino – Turin – Italie
3. Imprint Analytics GmbH – Neutal – Autriche
4. Hydroisotop GmbH – Stable isotope laboratory – Schweitenkirchen – Allemagne
5. Agroisolab GmbH – Jülich – Allemagne
6. Eurofins Authenticity Competence Centre – Nantes – France
7. TLR international laboratories – Ridderkerk – Pays-Bas (uniquement pour le carbone)

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

8. State scientific research Institute of the brewing and wine industry – Moscou – Russie
9. SGS Taiwan Ltd. – Nouveau Taipei – Taïwan

En se basant sur les résultats obtenus (voir tableaux 1 et 2 en annexe 1), il est possible d'estimer les paramètres de validation suivants :

$\delta^{13}C$ / ‰ vs V-PDB

Échantillon	tartrique 1	tartrique 2	tartrique 3	tartrique 4	tartrique 5
Nombre de résultats valides	9	9	9	9	9
Nombre de répétitions	2	2	2	2	2
Moyenne	-26,49	-30,21	-23,14	-24,81	-22,71
Sr	0,09	0,03	0,03	0,04	0,02
SR	0,12	0,12	0,09	0,09	0,09

$\delta^{18}O$ / ‰ vs V-SMOW

Échantillon	tartrique 1	tartrique 2	tartrique 3	tartrique 4	tartrique 5
Nombre de résultats valides	8	8	8	8	8
Nombre de répétitions	2	2	2	2	2
Moyenne	13,38	16,24	28,41	38,3	47,14
Sr	0,22	0,15	0,2	0,13	0,26

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

SR	0,83	0,69	0,74	0,84	1,08

7.4. Répétabilité et reproductibilité

Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats distincts obtenus sur un échantillon identique par un opérateur utilisant le même appareillage dans l'intervalle de temps le plus court possible n'excédera pas la limite de répétabilité *r* dans plus de 5 % des cas.

Les valeurs acceptées pour l'écart-type relatif de répétabilité (RSDr) sont égales à 0,09 ‰ pour le paramètre $\delta^{13}C$ et à 0,26 ‰ pour le paramètre $\delta^{18}O$.

Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats distincts obtenus sur un échantillon identique par deux laboratoires différents n'excédera pas la limite de reproductibilité *R* dans plus de 5 % des cas.

Les valeurs acceptées pour l'écart-type relatif de reproductibilité (RSDR) sont égales à 0,12 ‰ pour le paramètre $\delta^{13}C$ et à 1,08 ‰ pour le paramètre $\delta^{18}O$.

8. CARACTÉRISATION ISOTOPIQUE DE L'ACIDE L(+)TARTRIQUE ISSU DU RAISIN

Entre janvier 2019 et décembre 2023, une activité de recherche a été conduite à la Fondazione Edmund Mach de San Michele all'Adige (Trente, Italie), conduisant à la définition des valeurs limites à 95 % de $\delta^{13}C$ et de $\delta^{18}O$ pour un acide L(+)tartrique issu du raisin. 81 échantillons de tartrate de calcium ont été prélevés dans différentes régions du monde (Italie, France, Espagne, Australie et Amérique du sud) représentant les principaux fournisseurs de matière première auprès des entreprises de transformation. Les fournisseurs ont garanti que les échantillons provenaient de lies et de marcs issus de caves n'utilisant pas (là où cela est autorisé) d'acide tartrique de synthèse. Les échantillons ont été transformés en acide L(+)tartrique en laboratoire en utilisant une installation pilote permettant de travailler avec de petites quantités dans les mêmes conditions techniques qu'avec une installation industrielle. Les échantillons ont été purifiés et analysés pour déterminer leurs rapports $\delta^{13}C$ et $\delta^{18}O$.

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

8.1. Valeurs limites de $\delta^{13}C$ et de $\delta^{18}O$ pour un acide L(+)tartrique issu du raisin

Les valeurs limites indiquées proviennent des données expérimentales présentées dans Perini et al., 2025.

La valeur limite minimale de $\delta^{13}C$ (valeur minimale du jeu de données) pour un acide L(+) tartrique issu du raisin est de −24,6‰.

La valeur limite minimale de $\delta^{18}O$ (valeur minimale du jeu de données) pour un acide L(+) tartrique issu du raisin est de +27,8‰.

8.2. Guide pour l'interprétation des données isotopiques

Les échantillons présentant des valeurs isotopiques de $\delta^{13}C$ et $\delta^{18}O$ inférieures à la valeur limite établie pour un acide L(+)tartrique issu du raisin au point 8.1, moins l'incertitude, calculée comme 2×SR (voir point 7.4), doivent être considérés comme non issus du raisin.

9. BIBLIOGRAPHIE

1. Codex œnologique international et Code international des pratiques œnologiques. Disponibles sur : http://www.oiv.int/. Monographie sur l'acide tartrique (COEI-1-DLTART), 2013. F-COEI-1-DLTART.
2. Règlement (UE) n° 1622/2000 de la Commission, Journal officiel des Communautés européennes, L 194/1.
3. Règlement (UE) n° 1308/2013 de la Commission, Journal officiel des Communautés européennes, L 346/671.
4. Règlement délégué (UE) n° 2019/934 de la Commission, Journal officiel des Communautés européennes, L 149/1.
5. Moreno Rojas, J.M., Cosofret, S., Reniero, F., Guillou, C., et Serra, F., « Control of oenological products: discrimination between different botanical sources of L-tartaric acid by isotope ratio mass spectrometry », Rapid Commun Mass Spectrom, 21(15), 2007, p. 2447-2450.
6. Serra, F., Reniero. F., Guillou, C.G., Moreno, J.M., Marinas, J.M., et Vanhaecke, F., « 13C and 18O isotopic analysis to determine the origin of L-tartaric acid », Rapid

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

Commun Mass Spectrom, 19(10), 2005, p. 1227-1230.

7. Leirose, G.D., Grenier-Loustalot, M.F., et Heeren de Oliveira, A., « Investigation of Geographical Origin and Production Method of L(+)-Tartaric Acid by Isotopic Analyses with Chemometrics », J. Chem. Chem. Eng, 11, 2017, p. 45-50.
8. Perini, M., Pianezze, S., Pienti, L., Randi, G. et Larcher R., « L(+)-tartaric acid of grape origin: definition of threshold limits for the 13C/12C and 18O/16O stable isotope ratios and validation of the isotopic method through an interlaboratory study », Talanta, 2025:1. doi.org/10.1016/j.talanta.2025.128071

ANNEXE I.1

Le tableau 1 montre les résultats obtenus pour $\delta^{18}O$ fournis par les différents laboratoires avec une indication du z-score.

Lab.	Éch. 1	Éch. 7	Z-score	Éch. 5	Éch. 9	Z-score	Éch. 2	Éch. 6	Z-score
1	14,65	14,72	1,58	17,31	17,26	1,51	29,32	29,33	1,24
2	14,08	14,26	0,96	16,93	17,01	1,06	29,15	29,30	1,11
3	13,95	13,81	0,61	16,78	16,58	0,64	28,91	29,21	0,88
4	13,03	13,00	-0,44	16,23	15,89	-0,26	28,06	27,51	-0,84
5	13,39	13,45	0,05	15,97	15,93	-0,41	28,03	28,04	-0,50
6	12,91	13,02	-0,50	15,76	15,70	-0,73	28,53	28,54	0,17
7	12,20	12,56	-1,20	15,08	15,38	-1,45	27,56	28,01	-0,84
8	12,13	12,89	-1,05	16,14	15,84	-0,36	27,61	27,39	-1,22
Moyenne		13,38			16,24			28,41	

Lab.	Éch. 3	Éch. 10	Z-score	Éch. 4	Éch. 8	Z-score
1	39,29	39,10	1,07	47,77	47,79	0,59

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

2	39,08	39,12	0,96	47,99	48,05	0,81
3	38,90	39,20	0,90	48,27	48,32	1,07
4	37,36	37,39	-1,10	45,88	45,25	-1,46
5	37,31	37,35	-1,16	45,75	45,85	-1,24
6	38,73	38,89	0,61	48,01	47,86	0,73
7	37,91	38,21	-0,28	47,20	47,41	0,15
8	37,41	37,50	-1,01	46,84	46,06	-0,64
Moyenne		38,30			47,14	

Le tableau 2 montre les résultats obtenus pour $\delta^{13}C$ fournis par les différents laboratoires avec une indication du z-score.

Lab.	Éch. 1	Éch. 7	Z-score	Éch. 5	Éch. 9	Z-score	Éch. 2	Éch. 6	Z-score
1	-26,43	-26,37	0,76	-30,11	-30,12	0,77	-23,07	-23,06	0,82
2	-26,45	-26,43	0,42	-30,11	-30,17	0,57	-23,12	-23,18	-0,14
3	-26,39	-26,36	0,97	-30,13	-30,08	0,85	-23,03	-23,07	0,99
4	-26,34	-26,72	-0,36	-30,09	-30,07	1,06	-23,06	-23,12	0,54
5	-26,53	-26,48	-0,14	-30,29	-30,36	-0,93	-23,11	-23,11	0,31
6	-26,70	-26,71	-1,86	-30,47	-30,45	-2,02	-23,35	-23,34	-2,34
7	-26,48	-26,50	-0,01	-30,23	-30,21	-0,08	-23,17	-23,17	-0,36
8	-26,51	-26,48	-0,06	-30,26	-30,23	-0,28	-23,13	-23,14	0,03
9	-26,42	-26,49	0,29	-30,19	-30,22	0,04	-23,11	-23,14	0,14
Moyenne		-26,50			-30,22			-23,15	

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025

Lab.	Éch. 3	Éch. 10	Z-score	Éch. 4	Éch. 8	Z-score
1	-24,77	-24,77	0,51	-22,61	-22,61	1,06
2	-24,91	-24,80	-0,48	-22,76	-22,74	-0,44
3	-24,74	-24,72	0,97	-22,64	-22,61	0,90
4	-24,77	-24,72	0,80	-22,71	-22,72	-0,07
5	-24,80	-24,81	0,10	-22,70	-22,69	0,15
6	-25,02	-24,99	-2,22	-22,95	-22,90	-2,31
7	-24,77	-24,78	0,45	-22,68	-22,66	0,41
8	-24,80	-24,81	0,10	-22,67	-22,69	0,31
9	-24,79	-24,88	-0,24	-22,67	-22,75	-0,01
Moyenne		-24,82			-22,72	

Exemplaire certifié conforme Chișinău, 20 juin 2025
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
John BARKER

© OIV 2025