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

Détermination du titre alcoométrique volumique des boissons spiritueuses d'origine
vitivinicole : préparation du distillat

Méthode OIV-MA-BS-02

**Détermination du titre alcoométrique volumique des boissons
spiritueuses d'origine vitivinicole : préparation du distillat**

1. Champ d'application

La méthode convient pour la préparation des distillats utilisés pour déterminer le titre alcoométrique volumique réel des boissons spiritueuses d'origine vitivinicole.

2. Principe

Les boissons spiritueuses sont distillées pour séparer les «matières extractives» (substances ne distillant pas) de l'alcool éthylique et autres composés volatils.

3. Réactifs et matériaux

3.1 Billes antiprojection

3.2 Agent antimousse sous forme concentrée (pour les crèmes)

4. Appareillage et matériel

Appareillage courant de laboratoire et notamment:

4.1 Bain-marie pouvant être maintenu entre 10 et 15 °C.

Bain-marie pouvant être maintenu à 20 °C ($\pm 0,2$ °C).

4.2 Fioles jaugées (100 et 200 ml) de classe A, vérifiées à $\pm 0,1$ et $0,15$ % respectivement.

4.3 Appareil de distillation

4.3.1 Prescriptions générales

L'appareil de distillation à utiliser doit respecter les caractéristiques suivantes:

- un nombre de connexions limité au strict nécessaire assurant l'étanchéité du système.

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

Détermination du titre alcoométrique volumique des boissons spiritueuses d'origine vitivinicole : préparation du distillat

- un dispositif destiné à empêcher le primage (entraînement du liquide à ébullition par la vapeur) et à régulariser le débit de distillation des vapeurs de richesse alcoolique élevée;
- la condensation rapide et totale des vapeurs alcooliques.
- la réception des premières fractions du distillat en milieu aqueux.

La source de chaleur doit mettre en œuvre un dispositif approprié de diffusion de la chaleur afin d'éviter toute pyrogénéation des matières extractives.

4.3.2 A titre d'exemple, un appareil de distillation approprié comprendrait:

- un ballon d'un litre de capacité, équipé d'un rodage normalisé;
- une colonne rectificatrice d'une hauteur minimale de 20 cm (colonne de Vigreux par exemple);
- un tube de connexion coudé pourvu, dans sa partie droite, d'un réfrigérant à bords droits (dit de West) d'une longueur de 10 cm environ;
- un réfrigérant à serpentin de 40 cm de long;
- un tube effilé permettant de conduire le distillat au fond d'une fiole jaugée réceptrice contenant un faible volume d'eau.

Remarque : L'appareil décrit ci-dessus est prévu pour un échantillon d'au moins 200 ml. Il est toutefois possible de distiller un échantillon de taille plus petite en ayant recours à un ballon plus petit, à condition d'utiliser une boule à distiller ou tout autre dispositif permettant d'éviter l'entraînement du liquide.

5. Conservation des échantillons pour essai

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

6. Mode opératoire

6.1 Contrôle de l'appareil de distillation

L'appareil utilisé doit répondre aux exigences ci-après :

La distillation de 200 ml d'une solution hydroalcoolique dont la concentration est connue et voisine de 50 % vol. ne doit pas produire de perte d'alcool supérieure à 0,1 % vol.

6.2. Boissons spiritueuses dont le titre alcoométrique est inférieur à 50 % vol.

Prélever à l'aide d'une fiole jaugée 200 ml de boisson spiritueuse.

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

Détermination du titre alcoométrique volumique des boissons spiritueuses d'origine vitivinicole : préparation du distillat

Noter la température du liquide ou maintenir la température normale (20 °C).

Verser l'échantillon dans le ballon de l'appareil de distillation et rincer la fiole jaugée avec trois volumes d'eau distillée d'environ 20 ml chacun. Ajouter chaque volume d'eau de rinçage au contenu du ballon de distillation.
Remarque : Cette dilution de 60 ml est suffisante dans le cas des boissons spiritueuses contenant moins de 250 g d'extrait sec par litre. Sinon, pour éviter les pyrolyses, il faut que le volume des liquides de rinçage soit au moins de 70 ml si l'extrait sec est de 300 g/l, 85 ml pour un extrait sec de 400 g/l et 100 ml pour un extrait sec de 500 g/l (certaines liqueurs ou crèmes de fruits). Ajuster ces volumes proportionnellement en fonction des différents échantillons.

Ajouter quelques billes antiprojection (3.1) (et de l'agent antimousse pour les crèmes).

Verser 20 ml d'eau distillée dans la fiole jaugée d'origine de 200 ml, qui sera utilisée pour recueillir le distillat. Cette fiole doit ensuite être placée dans un bain d'eau froide (4.1) (10 à 15 °C pour les boissons spiritueuses anisées).

Distiller (éviter tout phénomène d'entraînement ou de carbonisation) en agitant de temps en temps le contenu de la fiole jusqu'à ce que le distillat atteigne un niveau situé à quelques millimètres au-dessous du trait de repère de la fiole jaugée.

Une fois la température du distillat ramenée au niveau initial à $\pm 0,5$ °C près, porter jusqu'au trait de repère à l'aide d'eau distillée et bien mélanger.

Le distillat est utilisé pour déterminer le titre alcoométrique volumique (annexe II).

6.3 Boissons spiritueuses dont le titre alcoométrique est supérieur à 50 % vol.

Prélever 100 ml de boisson spiritueuse à l'aide d'une fiole jaugée de 100 ml et verser le liquide dans le ballon de l'appareil de distillation.

Rincer la fiole jaugée à plusieurs reprises avec de l'eau distillée et ajouter les liquides de rinçage au contenu du ballon à distiller. Utiliser suffisamment d'eau pour que le contenu de ce ballon atteigne environ 230 ml.

Verser 20 ml d'eau distillée dans une fiole jaugée de 200 ml, qui sera utilisée pour recueillir le distillat. Cette fiole doit ensuite être placée dans un bain d'eau froide (4.1) (10 à 15°C pour les boissons spiritueuses anisées).

Distiller en agitant de temps en temps jusqu'à ce que le distillat atteigne un niveau situé à quelques millimètres au-dessous du trait de repère de la fiole jaugée de 200 ml.

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

**Détermination du titre alcoométrique volumique des boissons spiritueuses d'origine
vitivinicole : préparation du distillat**

Une fois la température du distillat ramenée au niveau initial à $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ près, porter jusqu'au trait de repère à l'aide d'eau distillée et bien mélanger.

Le distillat est utilisé pour déterminer le titre alcoométrique volumique (annexe II).

Remarque: Le titre alcoométrique volumique de la boisson spiritueuse est deux fois supérieur à celui du distillat.