



RÉSOLUTION OIV-OENO 601B-2021

AVERTISSEMENT : cette résolution abroge les méthodes et résolutions suivantes :

Méthode A2/1978

Méthode OIV-MA-AS312-01A : 2009

Méthode OIV-MA-AS312-01B : 2009

Résolution OENO 8/2000

Résolution OENO 24/2003

Révision de la méthode OIV-MA-AS312-01A Titre alcoométrique volumique à 20 °C

L'ASSEMBLÉE GÉNÉRALE,

CONFORMEMENT à l'article 2, paragraphe 2 b) 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 « Méthodes d'analyse »,

CONSIDERANT qu'on constate des incohérences parmi les méthodes relatives à la masse volumique (OIV-MA-AS2-01A) et au titre alcoométrique volumique (OIV-MA-AS312-01A et OIV-MA-AS312-01B),

CONSIDERANT que principalement il s'agit d'un travail de réorganisation de deux méthodes présentes dans le *Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts*,

DÉCIDE de réorganiser les méthodes OIV-MA-AS312-01A et OIV-MA-AS312-01B, donnant à la méthode la nouvelle nomenclature OIV-MA-AS312-01: 2021 et de les fusionner en une seule méthode comme suit :

Titre alcoométrique volumique à 20 °C

Méthodes Type I et IV

1 Introduction

Cette résolution se compose d'une partie concernant la préparation du distillat et de 4 méthodes A, B, C et D pour déterminer le titre alcoométrique volumique de ce distillat.

Exemplaire certifié conforme, Paris-réunion hybride, le 12 juillet 2021
Le Directeur général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée générale

Pau ROCA



2 Domaine d'application

Cette résolution est applicable pour déterminer le titre alcoométrique volumique (TAV) à 20 °C des boissons viti-vinicoles soit par :

- | | |
|--|----------------------------|
| - méthode A : pycnométrie | Méthode de type I |
| - méthode B : densimétrie électronique à résonateur de flexion | Méthode de type I |
| - méthode C : Balance hydrostatique | Méthode de type I |
| - méthode D : Aréométrie et réfractométrie | Méthode usuelle de type IV |

3 Définition

Le titre alcoométrique volumique d'une boisson est égal au nombre de litres d'éthanol contenu dans 100 litres d'une solution hydroalcoolique ayant la même masse volumique que le distillat de cette boisson ; ces volumes étant tous deux mesurés à la température de 20 °C. Son symbole est « % vol ».

4 Principe et méthodes

4.1 Principe

Le principe de la méthode consiste dans un premier temps à distiller la boisson de volume à volume après alcalinisation par une suspension d'hydroxyde de calcium qui évite l'entraînement des acides volatils. Cette distillation permet d'éliminer les substances non volatiles. Les homologues de l'éthanol, ainsi que l'éthanol et les homologues de l'éthanol engagés dans les esters, sont compris dans le titre alcoométrique, car ils se retrouvent dans le distillat.

Dans un deuxième temps, la masse volumique du distillat obtenu est mesurée. La masse volumique d'un liquide à une température donnée est égale au quotient de sa masse sur son volume :

$$\rho = m / V, \text{ pour une boisson viti-vinicole, elle s'exprime } \text{g/cm}^3$$

Pour une solution hydroalcoolique telle qu'un distillat, connaissant la température, des tables permettent de faire correspondre à une masse volumique un titre alcoométrique (OIV-MA-AS312-02 : R2009 Table 1). Ce titre alcoométrique correspond à celui de la boisson (distillation de volume à volume).

4.2 Méthodes de détermination du TAV :

Le principe de chaque méthode ainsi que leur mode opératoire sont détaillés dans les parties suivantes :

Partie A : Détermination du titre alcoométrique volumique d'une boisson en mesurant la masse volumique du distillat par pycnométrie.

Partie B : Détermination du titre alcoométrique volumique d'une boisson en mesurant la masse volumique du distillat par densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion.



Partie C : Détermination du titre alcoométrique volumique d'une boisson en mesurant la masse volumique du distillat par densimétrie utilisant la balance hydrostatique.

Partie D : Détermination du titre alcoométrique volumique d'une boisson en mesurant la masse volumique du distillat par aréométrie ou par réfractométrie

La température d'essai est arrêtée à 20 °C.

4.3 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.

5 Obtention du distillat

5.1 Réactifs

5.1.1 Eau pour usage analytique (norme ISO 3696) qualité II ou pureté équivalente

5.1.2 Suspension d'hydroxyde de calcium 12 % m/v

Obtenue en versant avec précaution 1 L d'eau chaude (60-70 °C) sur 120 g de chaux vive (CaO).

5.1.3 Agent antimousse

5.2 Appareillage

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.

A titre d'exemple, utiliser un des deux appareillages suivants :

5.2.1 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.

5.2.2 Appareil à entraînement par la vapeur d'eau comportant :

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



5.3 Préparation de l'échantillon

Les échantillons présentant du gaz sont préalablement débarrassés de la plus grande quantité de leur dioxyde de carbone, par exemple par agitation de 250 à 300 ml de vin dans un flacon de 500 ml.

5.4 Mode opératoire

5.4.1 Mode opératoire pour des boissons avec un TAV supérieur ou égal à 1,5 % vol.

Prélever à l'aide d'une fiole jaugée un volume de boisson de 200 ml. Noter la température de l'échantillon.

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 environ 5 ml d'eau que l'on ajoute dans le ballon ou dans le barboteur.

Ajouter environ 10 ml d'hydroxyde de calcium 2 M (5.1.2). Si nécessaire, on peut rajouter aussi quelques fragments d'une matière poreuse inerte (pierre ponce, etc...) et/ou quelques gouttes d'agent antimousse (5.1.3) pour faciliter la distillation.

Recueillir le distillat dans la fiole jaugée de 200 ml qui a servi à mesurer la boisson. 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 % (v/v).

5.4.2 Mode opératoire pour des boissons avec un TAV inférieur à 1,5 % vol.

Prélever à l'aide d'une fiole jaugée un volume de boisson de 200 ml. Noter la température de la boisson. 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 environ 5 ml d'eau que l'on ajoute dans le ballon ou dans le barboteur. Ajouter environ 10 ml de suspension d'hydroxyde de calcium 2 M (5.1.2) et, dans le cas de la distillation, si cela est nécessaire, un régulateur d'ébullition (pierre ponce, etc...). Recueillir, dans une fiole jaugée de 100 ml, un volume de distillat égal environ à 75 ml dans le cas de la distillation ou de 98-99 ml dans le cas de l'entraînement à la vapeur d'eau.

Compléter à 100 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.



Partie A :
Détermination du titre alcoométrique volumique d'une boisson en mesurant la masse volumique du distillat par pycnométrie.
(Méthode de type I)

(Method A2/1978 – Résolution 377/2009)

A.1 Principe

On détermine la masse volumique du distillat que l'on fait correspondre au TAV grâce à des Tables. Pour une température déterminée, la masse volumique est mesurée à l'aide d'un pycnomètre en verre. Celui-ci comporte une fiole de capacité connue sur laquelle vient s'adapter un bouchon rodé creux muni d'un tube capillaire. Lorsque l'on ferme la fiole le trop-plein monte dans le capillaire. Les volumes de la fiole et du capillaire étant connus, on détermine la masse volumique par pesées à l'aide de balances de précision avant et après remplissage du pycnomètre.

A.2 Réactifs et produits

A.2.1 Eau pour usage analytique (norme ISO 3696) qualité II ou pureté équivalente

A.2.2 Solution de chlorure de sodium (2 % m/v)

Pour préparer 1 litre, peser 20 g de chlorure de sodium et dissoudre au volume avec de l'eau

A.3 Appareillage et matériel

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

A.3.1 Pycnomètre, en verre pyrex de 100 ml de capacité environ, avec un thermomètre mobile à rodage émeri gradué par dixième de degré de 10 à 30 °C. Ce thermomètre doit être étalonné (fig. 1).

Tout pycnomètre de caractéristiques équivalentes peut être employé.

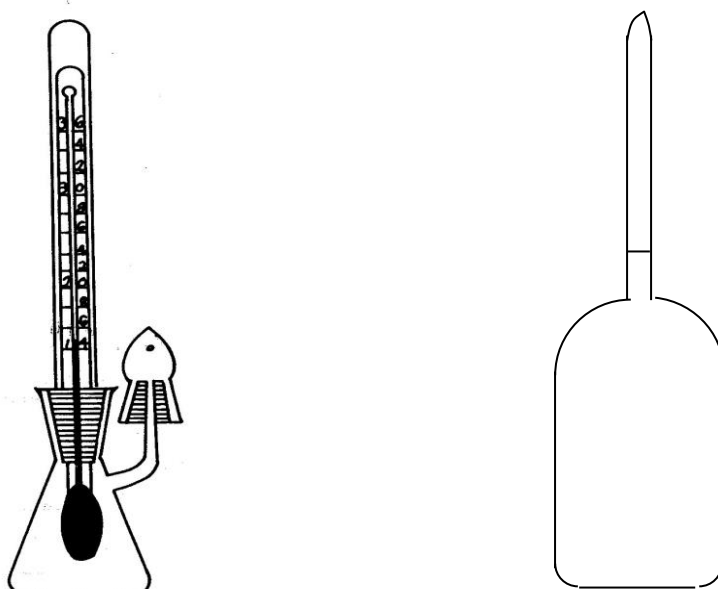


FIGURE 1 : Pycnomètre et son flacon tare

Exemplaire certifié conforme, Paris-réunion hybride, le 12 juillet 2021
Le Directeur général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée générale

Pau ROCA



Ce pycnomètre comporte un tube latéral de 25 mm de longueur, de 1 mm au plus de diamètre intérieur, terminé par une partie conique rodée. Ce tube latéral peut être coiffé par un « bouchon récepteur » constitué par un tube conique rodé, terminé par une partie effilée. Ce bouchon sert de chambre de dilatation.

Les deux rodages de l'appareil doivent être faits avec un très grand soin.

- A.3.2 Flacon tare de même volume extérieur (à moins de 1 ml près) que le pycnomètre et de masse égale à la masse du pycnomètre plein d'un liquide de densité 1,01 (solution de chlorure de sodium à 2 %, m/v).
- A.3.3 Enceinte calorifugée s'adaptant exactement au corps du pycnomètre.
- A.3.4 Balance à deux plateaux, sensible au dixième de milligramme
ou
balance monoplateau, sensible au dixième de milligramme.
- A.3.5 Masses étalonnées par un organisme accrédité.

A.4 Mode opératoire

A.4.1 Étalonnage du pycnomètre

L'étalonnage du pycnomètre comporte la détermination des caractéristiques suivantes :

- tare à vide,
- volume à 20 °C,
- masse en eau à 20 °C.

A.4.1.1 Utilisation d'une balance à deux plateaux

Le flacon tare étant placé sur le plateau de gauche de la balance et le pycnomètre propre et sec muni de son « bouchon récepteur » sur le plateau droit, réaliser l'équilibre en plaçant à côté du pycnomètre des masses marquées : soit p grammes.

Remplir avec soin le pycnomètre avec de l'eau (A.2.1) à la température ambiante, mettre en place le thermomètre

Essuyer soigneusement le pycnomètre et le placer dans l'enceinte calorifugée

Agiter par retournement jusqu'à ce que la température lue sur le thermomètre soit constante. Affleurer exactement au bord supérieur du tube latéral. Essuyer ce tube latéral, placer le bouchon récepteur

Lire la température t °C avec soin et la corriger éventuellement de l'inexactitude de l'échelle du thermomètre.

Peser le pycnomètre plein d'eau, soit p' la masse en grammes qui réalise l'équilibre.

Calculs :

- Tare du pycnomètre vide :

Tare à vide = $p + m$ où m = masse d'air contenue dans le pycnomètre en g
 m (g) = 0,0012 ($p - p'$),

- Volume à 20 °C, en ml:

$V_{20\text{ °C}}$ (ml) = $(p + m - p') \times F_t$



F_t = facteur relevé dans la table I pour la température t °C
 $V_{20\text{ °C}}$ doit être connu à $\pm 0,001$ ml près

- Masse en eau à 20 °C :
 $M_{20\text{ °C}} = V_{20\text{ °C}} \times 0,998203$ g
0,998203 = masse volumique de l'eau à 20 °C, en g/cm³

A.4.1.2 Utilisation d'une balance monoplateau

Déterminer :

- la masse du pycnomètre propre et sec : P
- la masse du pycnomètre plein d'eau à t °C : P_1 en suivant les indications décrites en A.4.1.1
- la masse du flacon tare T_0

- Calculs

Tare du pycnomètre vide :

Tare à vide : $P - m$ où m (g) = masse d'air contenue dans le pycnomètre
 m (g) = 0,0012 ($P_1 - P$)

- Volume à 20 °C en ml :
 $V_{20\text{ °C}} \text{ (ml)} = [P_1 - (P - m)] \times F_t$

F_t = facteur relevé dans la table I pour la température t °C
 $V_{20\text{ °C}}$ doit être connu à $\pm 0,001$ ml près.

- Masse en eau à 20 °C :
 $M_{20\text{ °C}} \text{ (g)} = V_{20\text{ °C}} \times 0,998203$
0,998203 = masse volumique de l'eau à 20 °C, en g/cm³.

A.4.2 Détermination de la masse volumique du distillat :

Procéder à la détermination de la masse volumique apparente à t °C du distillat avec une balance à deux plateaux ou une balance monoplateau :

A.4.2.1 Utilisation d'une balance à deux plateaux

Peser le pycnomètre plein de l'échantillon préparé pour essais en suivant les indications décrites en A.4.1.1.

Soit p'' la masse en grammes qui réalise l'équilibre à t °C.

En tenant compte du fait que la masse du liquide contenu dans le pycnomètre = $p + m - p''$, la masse volumique apparente à t °C en g/cm³ est donnée par :

$$\rho_{t\text{ °C}} = \frac{p + m - p''}{V_{20\text{ °C}}}$$



A.4.2.2 Utilisation d'une balance monoplateau

Peser le flacon tare, soit T_1 sa masse en g

Calculer $dT = T_1 - T_0$

Masse du pycnomètre vide au moment de la mesure = $P - m + dT$, en g

Peser le pycnomètre plein de l'échantillon préparé pour essais en suivant les indications décrites en A.4.1.1.

Soit P_2 sa masse à t °C.

Masse du liquide contenu dans le pycnomètre à t °C = $P_2 - (P - m + dT)$, en g

Masse volumique apparente à t °C, en g/cm³

$$\rho_{t^{\circ}\text{C}} = \frac{P_2 - (P - m + dT)}{V_{20^{\circ}\text{C}}}$$

A.5 Expression des résultats et paramètres de fidélité

A.5.1 Mode de calcul

A.5.1.1 Boissons avec un TAV supérieur ou égal à 1,5 % vol.

Exprimer le titre alcoométrique à 20 °C en « % vol. », avec 2 décimales au moyen de la table I de la méthode OIV-MA-AS312-02A. Attention, cette table utilise l'unité kg/m³ et non g/cm³.

On a la relation suivante : 1 g/cm³ = 1000 kg/m³

Sur la table, chercher sur la ligne horizontale correspondant à la température T (exprimée en nombre entier), immédiatement inférieure à t °C, la plus petite masse volumique supérieure à ρ_t . Utiliser la différence tabulaire lue au-dessous de cette masse volumique pour calculer la masse volumique ρ à cette température T .

Sur la ligne de cette température T chercher la masse volumique ρ' immédiatement supérieure à ρ et calculer la différence entre ces deux masses volumiques ρ et ρ' . Cette différence est divisée par la différence tabulaire lue à la droite de la masse volumique ρ' . Le quotient donne la partie décimale du titre alcoométrique, tandis que la partie entière de ce titre est indiquée au sommet de la colonne dans laquelle se trouve la masse volumique ρ' .

Un exemple de calcul du titre alcoométrique est donné dans l'annexe I à ce chapitre.

Remarque : Cette correction de température a été mise sur programme et peut être éventuellement effectuée automatiquement.

A.5.1.2 Boissons avec un TAV inférieur à 1,5 % vol.

Identique au A.5.1.1 en divisant le titre alcoométrique volumique du distillat (TAVD) par 2 :

TAV = TAVD/2, « % vol. », avec 2 décimales



A.6 Fidélité

Répétabilité (r) : $r = 0,10$ % vol.

Reproductibilité (R) $R = 0,19$ % vol.

Les paramètres de validation des boissons avec une faible teneur en alcool sont donnés en annexe II

A.7 Exemple de calcul du titre alcoométrique d'un vin

A.7.1 Pycnométrie sur balance à deux plateaux

Les constantes du pycnomètre ont été déterminées et calculées comme il est indiqué dans la méthode **OIV-MA-AS2-01A** *Masse volumique et densité relative* paragraphe A.7.



Exemple numérique

1° Pesée du pycnomètre plein de distillat :

$$\text{Tare} = \text{pycnomètre} + \text{distillat à } t^{\circ}\text{C} + p'' \quad \left\{ \begin{array}{l} t^{\circ}\text{C} = 18,90^{\circ}\text{C} \\ t^{\circ}\text{C corrigé} = 18,70^{\circ}\text{C} \\ p'' = 2,8074 \text{ g} \end{array} \right.$$

$$p + m - p'' = \text{masse du distillat à } t^{\circ}\text{C} \quad \{ \quad 105,0698 - 2,8074 = 102,2624 \text{ g}$$

Masse volumique apparente à $t^{\circ}\text{C}$:

$$\rho_t = \frac{p + m - p''}{\text{volume du pycnomètre à } 20^{\circ}\text{C}} \quad \left\{ \quad \rho_{18,7^{\circ}} = \frac{102,2624}{104,0299} = 0,983076 \text{ g/cm}^3 \right.$$

2. Calcul du titre alcoométrique :

Se reporter à la table des masses volumiques apparentes des mélanges hydroalcooliques à différentes températures, comme il est indiqué plus haut

Sur la ligne 18 °C de la table des masses volumiques apparente, la plus petite masse supérieure à la masse observée 0,983076 est 0,98398 dans la colonne 11 %.

La masse volumique à 18 °C est :
 $(98307,6 + 0,7 \times 22) \cdot 10^{-5} = 0,98323$
 $0,98398 - 0,98323 = 0,00075$

La partie décimale du titre alcoométrique est
 $75/114 = 0,65$

Le titre alcoométrique est : 11,65 % vol.



A.7.2 Pycnométrie sur balance monoplateau

Les constantes du pycnomètre ont été déterminées et calculées comme il est indiqué dans la méthode **OIV-MA-AS2-01A** *Masse volumique et densité relative* paragraphe A 7

Exemple numérique

1. Pesée du pycnomètre plein de distillat :

Pesée du flacon tare au moment de la détermination	: T1 = 171,9178 g
Pycnomètre plein de distillat à 20,50°C	: P2 = 167,8438 g
Variation de la poussée de l'air	: $dT = 171,9178 - 171,9160$ = + 0,0018
Masse du distillat à 20,5°C	: $Lt = 167,8438 - (67,6695 + 0,0018)$ = 100,1725 g
Masse volumique apparente du distillat	: $\rho_{20,5^\circ\text{C}} = 100,1725 / 101,8194 = 0,983825$ g/cm ³

2 Calcul du titre alcoométrique :

Se reporter à la table des masses volumiques apparentes des mélanges hydroalcooliques à différentes températures, comme il est indiqué plus haut :

Sur la ligne 20 °C de la table des masses volumiques apparentes, la plus petite masse supérieure à la masse observée 0,983825 est 0,98471 dans la colonne 10 %.

La masse volumique à 20°C est :
 $(98382,5 + 0,5 \times 24) \times 10^{-5} = 0,983945$
 $0,98471 - 0,983945 = 0,000765$

La partie décimale du titre alcoométrique est : $76,5 / 119 = 0,64$

Le titre alcoométrique est : 10,64 % vol.

**Partie B : Méthode B****Détermination du titre alcoométrique volumique d'une boisson en mesurant la masse volumique du distillat par densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion (Méthode de type I)**

(Résolution Oeno 8/2000 – 377/2009)

B.1 Principe

Dans la présente méthode la masse volumique du distillat est mesurée par densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion. Le principe consiste à mesurer la période d'oscillation d'un tube contenant l'échantillon soumis à une excitation électromagnétique. La masse volumique est alors calculée, elle est liée à la période d'oscillation par la formule suivante :

$$\rho = T^2 \times \left(\frac{C}{4\pi^2 V} \right) - \left(\frac{M}{V} \right) \quad (1)$$

ρ = masse volumique de l'échantillon

T = période de vibration induite

M = masse du tube vide

C = constante de rappel

V = volume de l'échantillon en vibration

Cette relation est de la forme, $\rho = A T^2 - B$ (2), il existe donc une relation linéaire entre la masse volumique et la période élevée au carré. Les constantes A et B sont spécifiques de chaque oscillateur et sont estimées en mesurant la période de fluides de masse volumique connue.

B.2 Réactifs et produits**B.2.1 Fluides de référence**

Deux fluides de référence servent à ajuster le densimètre. Les masses volumiques des fluides de référence doivent encadrer celles des distillats à mesurer. Un écart de masse volumique entre les fluides de référence supérieur à 0,01000 g/cm³ est recommandé.

Les fluides de référence pour la mesure du TAV des boissons viti-vinicoles par densimètre électronique sont :

- l'air sec (non pollué),
- de l'eau pour usage analytique (norme ISO 3696) qualité II ou pureté équivalente,
- des solutions hydroalcooliques de masse volumique déterminée par une autre méthode de référence dont l'incertitude ne dépasse pas 0,00005 g/cm³ à la température de 20,00 ± 0,05 °C,
- des solutions, raccordées au Système international, de viscosité inférieure à 2 mm²/s dont l'incertitude ne dépasse pas 0,00005 g/cm³ à la température de 20,00 ± 0,05 °C.

Exemplaire certifié conforme, Paris-réunion hybride, le 12 juillet 2021
Le Directeur général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée générale

Pau ROCA



B.2.2 Produits de nettoyage et de séchage

Utiliser des produits qui assurent un parfait état de nettoyage et de séchage de la cellule de mesure, selon les indications du fabricant. A titre d'exemple :

- détergents, acides ...,
- solvants organiques : éthanol 96 % vol., acétone pure, etc.

B.3 Appareillage et matériel

B.3.1 Densimètre électronique à résonateur de flexion

Le densimètre électronique comporte les éléments suivants :

- une cellule de mesure comportant le tube de mesure et une enceinte thermostatée,
- un système de mise en oscillation du tube et de mesure de la période d'oscillation,
- un afficheur numérique et éventuellement un calculateur.

Le densimètre est placé sur un support parfaitement stable et est isolé de toutes vibrations.

B.3.2 Contrôle de la température de la cellule de mesure

Le tube de mesure est situé dans une enceinte thermostatée. La stabilité de la température doit être meilleure que $\pm 0,02$ °C.

Lorsque le densimètre le permet, il est nécessaire de contrôler la température de la cellule de mesure car celle-ci influence fortement les résultats des déterminations. La masse volumique d'une solution hydroalcoolique de TAV 10 % vol., est de 0,98471 g/cm³ à 20 °C et de 0,98447 g/cm³ à 21 °C soit un écart de 0,00024 g/cm³.

La température d'essai est arrêtée à 20 °C. La mesure de température au niveau de la cellule est réalisée avec un thermomètre de résolution de moins de 0,01°C et raccordé aux étalons nationaux. Il doit garantir une mesure de température d'incertitude inférieure à $\pm 0,07$ °C.

B.3.3 Etalonnage de l'appareil

L'appareil doit être étalonné avant sa première utilisation, puis périodiquement ou si la vérification ne donne pas satisfaction. L'objectif est d'utiliser deux fluides de référence pour calculer les constantes A et B (cf. formule (2) B.1). Pour la réalisation pratique de l'étalonnage, se référer au mode d'emploi de l'appareil. En principe cet étalonnage est effectué avec de l'air sec (tenir compte de la pression atmosphérique) et de l'eau très pure (B.2.1).

B.3.4 Vérification de l'étalonnage

Pour vérifier l'étalonnage, mesurer la masse volumique de fluides de référence.

- Chaque jour d'utilisation, une vérification de la masse volumique de l'air est réalisée. Un écart entre la masse volumique théorique et celle observée supérieur à 0,00008 g/cm³ peut indiquer que le tube est encrassé. Il faut alors le nettoyer. Après nettoyage, on vérifie à nouveau la masse volumique de l'air, si cette vérification n'est pas concluante il faut ajuster l'appareil.
- On vérifie également la masse volumique de l'eau, si l'écart entre la masse volumique théorique et celle observée est supérieur à 0,00008 g/cm³, on ajuste l'appareil.



- Si la vérification de la température de la cellule est difficile il est possible de vérifier directement la masse volumique d'une solution hydroalcoolique de TAV comparable à ceux des distillats analysés.

B.3.5 Contrôle

Lorsque la différence entre la masse volumique théorique d'une solution de référence (connue avec une incertitude de +/- 0,00005 g/cm³) et la mesure est supérieure à 0,00008 g/cm³, il est nécessaire de vérifier l'étalonnage de l'appareil.

B.4 Mode opératoire

Après obtention du distillat, mesurer par densimétrie sa masse volumique que l'on fait correspondre au TAV grâce à des Tables.

L'opérateur s'assure de la stabilité de la température de la cellule de mesure. Le distillat dans la cellule du densimètre ne doit pas contenir de bulles d'air et doit être homogène. Si l'on dispose d'un système d'éclairage qui permet de vérifier l'absence de bulles, l'éteindre rapidement après la vérification car la chaleur générée par la lampe influe sur la température de mesure.

Pour les appareils qui possèdent un éclairage permanent, cette remarque est sans objet.

Si l'appareil ne donne que la période, on calcule la masse volumique grâce aux constantes A et B (cf. Annexe I). Si l'appareil ne donne pas directement le TAV, connaissant la masse volumique, le TAV est obtenu à l'aide des tables (Table I OIV-MA-312-02)

B.5 Expression des résultats

B.5.1 Expression des résultats:

B.5.1.1 *Boissons avec un TAV supérieur ou égal à 1,5 % vol.*

Le titre alcoométrique volumique de la boisson est celui obtenu pour le distillat. Il est exprimé en « % vol. ».

Si les conditions de température ne sont pas respectées, il est nécessaire de réaliser une correction pour l'exprimer à 20 °C. Le résultat est donné avec deux décimales.

B.5.1.2 *Boissons avec un TAV inférieur à 1,5 % vol.*

Identique au B.5.1.1 en divisant le Titre alcoométrique du distillat (TAVD) par 2 :

TAV= TAVD/2, en « % vol », avec 2 décimales.

Les paramètres de validation des boissons avec une faible teneur en alcool sont donnés en annexe II.

B.5.2 Remarques

Le volume introduit dans la cellule doit être suffisamment important afin d'éviter une éventuelle contamination provoquée par l'échantillon précédent. Il est donc nécessaire de réaliser au moins deux déterminations. Si celles-ci ne donnent pas des résultats inclus dans la limite de répétabilité, une troisième détermination est nécessaire. Généralement les résultats des deux dernières déterminations sont homogènes et on élimine la première valeur.



B.6 Fidélité

Pour des échantillons de TAV supérieur à 4 % vol., les données de validation et les résultats de fidélité sont donnés en annexe III

Répétabilité (r) = 0,067 (% vol.),

Reproductibilité (R) = $0,0454 + 0,0105 \times \text{TAV}$ (% vol.)

Pour les échantillons ayant un TAV inférieur à 4 % vol., les données de validation et les résultats de fidélité sont donnés en annexe II



Partie C :

Détermination du titre alcoométrique volumique d'une boisson en mesurant la masse volumique du distillat par densimétrie utilisant la balance hydrostatique (Méthode de type I)

(Résolution Oeno 24/2003 – 377/2009)

C.1 Principe

Le titre alcoométrique volumique peut être mesuré par densimétrie sur balance hydrostatique suivant le principe d'Archimède selon lequel tout corps plongé dans un fluide subit une poussée verticale, dirigée de bas en haut, égale au poids du fluide déplacé.

C.2 Réactifs et produits

C.2.1 Eau pour usage analytique (norme ISO 3696) qualité II ou pureté équivalente,

C.2.2 Solution de lavage du flotteur (hydroxyde de sodium, 30 % m/v).

Pour préparer une solution de 100 ml, peser 30 g d'hydroxyde de sodium et porter au volume à l'aide d'éthanol à 96 % vol.

C.3 Appareillage et matériel

Appareillage courant de laboratoire et notamment :

C.3.1 Balance hydrostatique monoplateau d'une sensibilité de 1 mg.

C.3.2 Flotteur d'un volume d'au moins 20 ml, spécialement adapté à la balance, suspendu par un fil d'un diamètre inférieur ou égal à 0,1 mm.

C.3.3 Éprouvette cylindrique comportant un repère de niveau.

Le flotteur doit pouvoir rentrer entièrement dans le volume de l'éprouvette situé au-dessous du repère ; la surface du liquide n'étant traversée que par le fil de suspension. L'éprouvette cylindrique doit avoir un diamètre intérieur supérieur d'au moins 6 mm à celui du flotteur.

C.3.4 Thermomètre (ou sonde de mesure de la température) gradué en degrés et dixièmes de degré, de 10 à 40 °C, étalonné à $\pm 0,05$ °C près.

C.3.5 Masse étalonnée par un organisme accrédité.

C.4 Mode opératoire

Entre chaque mesure, le flotteur et l'éprouvette doivent être nettoyés à l'eau distillée, essuyés avec un papier de laboratoire doux ne perdant pas ses fibres et rincés avec la solution dont la masse volumique est à déterminer. Les mesures doivent être effectuées dès que l'appareil a atteint sa stabilité afin de limiter les pertes d'alcool par évaporation.

C.4.1 Etalonnage des appareils

C.4.1.1 *Étalonnage de la balance*

Bien que les balances soient généralement pourvues d'un système d'étalonnage interne, la balance hydrostatique doit pouvoir être étalonnée avec des poids raccordés au Système International.



C.4.1.2 *Étalonnage du flotteur*

Remplir l'éprouvette cylindrique jusqu'au repère avec de l'eau (C.2.1) dont la température sera comprise entre 15 et 25 °C, mais se situera de préférence à 20 °C.

Plonger le flotteur et le thermomètre dans le liquide, agiter, lire la masse volumique du liquide sur l'appareil et, si nécessaire, corriger cette lecture pour qu'elle soit égale à celle de l'eau à la température de la mesure.

C.4.1.3 *Contrôle à l'aide d'une solution hydroalcoolique*

Remplir l'éprouvette cylindrique jusqu'au repère avec un mélange hydroalcoolique de titre connu, dont la température sera comprise entre 15 et 25 °C, mais se situera de préférence à 20 °C.

Plonger le flotteur et le thermomètre dans le liquide, agiter, lire la masse volumique du liquide sur l'appareil (ou le titre alcoométrique si ce dernier le permet). Le titre alcoométrique ainsi établi doit être égal au titre alcoométrique précédemment déterminé.

Remarque : Cette solution de titre alcoométrique connu peut également remplacer l'eau pour l'étalonnage du flotteur.

C.4.2 Mesure de la masse volumique d'un distillat (ou de son titre alcoométrique si l'appareillage le permet)

Verser l'échantillon pour essai dans l'éprouvette cylindrique jusqu'au repère de niveau.

Plonger le flotteur et le thermomètre dans le liquide, agiter et lire la masse volumique du liquide sur l'appareil (ou le titre alcoométrique si ce dernier le permet).

Noter la température si la masse volumique est mesurée à t °C (ρ_t).

Corriger ρ_t à l'aide de la table des masses ρ_t des mélanges hydroalcooliques [table II de l'annexe I de la méthode OIV-MA-AS02-01A du présent recueil des méthodes d'analyse de l'OIV].

C.4.3 Nettoyage du flotteur et de l'éprouvette cylindrique.

Plonger le flotteur dans la solution de lavage versée dans l'éprouvette.

Laisser tremper une heure en tournant le flotteur régulièrement.

Rincer abondamment à l'eau du robinet, puis à l'eau distillée.

Essuyer avec un papier de laboratoire doux ne perdant pas ses fibres.

Réaliser ces opérations lors de la première utilisation du flotteur, puis régulièrement dès que nécessaire.

C.5 Expressions des résultats

C.5.1 Boissons avec un TAV supérieur ou égal à 1,5 % vol

À l'aide de la masse volumique ρ_{20} , calculer le titre alcoométrique volumique réel en utilisant la table indiquant la valeur du titre alcoométrique volumique (% vol.) à 20 °C en fonction de la masse



volumique à 20 °C des mélanges hydroalcooliques. Il s'agit de la table internationale adoptée par l'Organisation Internationale de Métrologie Légale dans sa recommandation R22 :1973
Les valeurs s'expriment en % vol. avec 2 décimales.

C.5.2 Boissons avec un TAV inférieur ou égal à 1,5 % vol

Identique au C.5.1 en divisant le titre alcoométrique volumique du distillat TAVD par 2 :

$TAV = TAVD/2$, en % vol., avec 2 décimales.

Les paramètres de validation des boissons avec une faible teneur en alcool sont donnés en annexe II.

C.6 Fidélité

Répétabilité (r)= 0,074 (% vol.)

Reproductibilité (R)= 0,229 (% vol.)



Partie D :

Détermination du titre alcoométrique du vin en utilisant l'aréométrie ou la réfractométrie pour la mesure de la masse volumique du distillat.

(Méthodes de type IV)

D.1 Principe

Le titre alcoométrique peut être déterminé par densimétrie à l'aide d'un alcoomètre en utilisant le principe de la poussée d'Archimède. Un cylindre lesté muni d'une tige graduée s'enfonce plus ou moins dans le distillat dont la masse volumique doit être déterminée. La masse volumique du liquide est lue directement sur la graduation de la tige au niveau du ménisque.

D.2 Aréométrie

D.2.1 Appareillage et matériel

D.2.1.1 *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).

Cet appareil doit être raccordé au Système International d'Unités (SI).

D.2.1.2 Thermomètre raccordé au Système International d'Unités (SI) gradué en degrés et au $1/10^{\text{e}}$ de degré de 0 à 40 °C, vérifié à 0,05°C près.

D.2.1.3 Éprouvette cylindrique dont les dimensions permettent l'immersion du thermomètre et de l'alcoomètre sans contact avec les parois, tenue verticalement.

D.2.2 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 prenant le bas du ménisque en s'aidant d'une loupe. Le titre apparent mesuré à t °C sera corrigé de l'action de la température à l'aide des tables. Il faut que la température du liquide soit peu différente de la température ambiante (5 °C de différence au plus).

D.3 Réfractométrie

D.3.1 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.

D.3.2 Mode opératoire

La mesure de l'indice de réfraction est effectuée sur le distillat de vin (5) en suivant le mode opératoire prescrit pour le type d'appareil utilisé.

D.3.3 Expression des résultats

L'indice de réfraction à 20 °C est reporté dans la table IV du chapitre OIV MA AS312 02 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 le chapitre OIV MA AS312 02. 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.



7 Annexes

ANNEXE I

Formule permettant de calculer les tables alcoométriques des mélanges d'alcool éthylique et d'eau.

La masse volumique " ρ ", exprimée en kilogrammes par mètre cube (kg/m^3) d'un mélange d'alcool éthylique et d'eau à la température t , exprimée en degrés Celsius, est donnée par la formule suivante en fonction :

- du titre massique p exprimé par un nombre décimal ; (*)
- de la température t exprimée en degrés Celsius (E. I. P. T. 68) ;
- des coefficients numériques ci-après :

La formule est valable pour les températures comprises entre -20°C et $+40^\circ\text{C}$.

$$\rho = A_1 + \sum_{k=2}^{12} A_k \rho^{k-1} + \sum_{k=1}^6 B_k (t - 20^\circ\text{C})^k + \sum_{i=1}^n \sum_{k=1}^m C_{i,k} \rho^k (t - 20^\circ\text{C})^i$$
$$\begin{aligned} n &= 5 \\ m_1 &= 11 \\ m_2 &= 10 \\ m_3 &= 9 \\ m_4 &= 4 \\ m_5 &= 2 \end{aligned}$$

(*) Exemple : pour un titre massique de 12%, $p = 0,12$



Coefficients numériques de la formule

k	A_k kg/m ³	B_k
1	9,982 012 300 · 10 ²	- 2,061 851 3 · 10 ⁻¹ kg/(m ³ · °C)
2	- 1,929 769 495 · 10 ²	- 5,268 254 2 · 10 ⁻³ kg/(m ³ · °C ²)
3	3,891 238 958 · 10 ²	3,613 001 3 · 10 ⁻⁵ kg/(m ³ · °C ³)
4	- 1,668 103 923 · 10 ³	- 3,895 770 2 · 10 ⁻⁷ kg/(m ³ · °C ⁴)
5	1,352 215 441 · 10 ⁴	7,169 354 0 · 10 ⁻⁹ kg/(m ³ · °C ⁵)
6	- 8,829 278 388 · 10 ⁴	- 9,973 923 1 · 10 ⁻¹¹ kg/(m ³ · °C ⁶)
7	3,062 874 042 · 10 ⁵	
8	- 6,138 381 234 · 10 ⁵	
9	7,470 172 998 · 10 ⁵	
10	- 5,478 461 354 · 10 ⁵	
11	2,234 460 334 · 10 ⁵	
12	- 3,903 285 426 · 10 ⁴	

k	$C_{1,k}$ kg/(m ³ · °C)	$C_{2,k}$ kg/(m ³ · °C ²)
1	1,693 443 461 530 087 · 10 ⁻¹	- 1, 193 013 005 057 010 · 10 ⁻¹
2	- 1,046 914 743 455 169 · 10 ¹	2,517 399 633 803 46 1 · 10 ⁻¹
3	7,196 353 469 546 523 · 10 ¹	- 2,170 575 700 536 993
4	- 7,047 478 054 272 792 · 10 ²	1,353 034 988 843 029 · 10 ¹
5	3,924 090 430 035 045 · 10 ³	- 5,029 988 758 547 014 ·
6	- 1,210 164 659 068 747 · 10 ⁴	1,096 355 666 577 570 · 10 ²
7	2,248 646 550 400 788 · 10 ⁴	- 1,422 753 946 421 155 ·
8	- 2,605 562 982 188 164 · 10 ⁴	1,080 435 942 856 230 · 10 ²
9	1,852 373 922 069 467 · 10 ⁴	- 4,414 153 236 817 392 ·
10	- 7,420 201433 430 137 · 10 ³	7,442 971 530 188 783
11	1,285 617 841 998 974 · 10 ³	

k	$C_{3,k}$ kg/(m ³ · °C ³)	$C_{4,k}$ kg/(m ³ · °C ⁴)	$C_{5,k}$ kg/(m ³ · °C ⁵)
1	- 6,802 995 733 503 803 · 10 ⁻⁴	- 4,075 376 675 622 027 · 10 ⁻⁷	- 2,788 074 354 782 409 · 10 ⁻⁸
2	- 1,876 837 790 289 664 · 10 ⁻²	- 8,763 058 573 471 110 · 10 ⁻⁷	1,345 612 883493 354 · 10 ⁻⁸
3	- 2,002 561 813734 156 · 10 ⁻¹	6,515 031 360 099 368 · 10 ⁻⁸	
4	- 1,022 992 966 719 220	- 1,515 784 836 987 210 · 10 ⁻⁷	
5	- 2,895 696 483 903 638		
6	- 4,810 060 584 300 675		
7	- 4,672 147 440 794 683		
8	- 2,458 043 105 903 461		
9	- 5,411 227 621 436 812 · 10 ⁻¹		

Exemplaire certifié conforme, Paris-réunion hybride, le 12 juillet 2021
 Le Directeur général de l'OIV
 Secrétaire de l'Assemblée générale

Pau ROCA



ANNEXE II

Paramètres de validation relatifs à la mesure du TAV des boissons ayant une faible teneur en alcool

Ce document présente les résultats de l'étude de validation de la méthode pour les boissons ayant une faible teneur en alcool (mise à jour).

L'étude a été réalisée en accord avec les documents OIV MA-F-AS1-08-FIDMET et MA-F-AS1-09-PROPER.

1. Echantillon

N° échantillon	1	2	3	4	5	6
Nature	Jus de raisin	Boisson obtenue par désalcoolisation du vin	Boisson obtenue par désalcoolisation partielle du vin	Jus de raisin partiellement fermenté	Cidre	Boisson à base de vin
Valeur de TAV approximative % par Vol.	< 0,5	0,5	1,5	2,5	4,5	6,5

Tableau 1 : échantillons analysés pour la validation

2. Analyses

Chacun des 12 échantillons reçus par les laboratoires a été analysé par distillation simple ou avec entraînement à la vapeur selon les deux procédures suivantes :

- Méthode de référence OIV avec mise en œuvre de 200 ml et récupération de 200 ml de distillat.
- Méthode alternative avec mise en œuvre de 200 ml et récupération de 100 ml de distillat.

3. Laboratoires participants



19 laboratoires de différents pays ont participé :

Laboratório CVRVV	4050-501 Porto	Portugal
Laboratório de Análises da CVRA	7006-806 Évora	Portugal
Testing Laboratory CAFIA	603 00 BRNO	République tchèque
Laboratório ASAE - LBPV	1649-038 Lisboa	Portugal
Agroscope - Site de Changins	1260 Nyon 1	Suisse
Labo SCL de Bordeaux	33608 Pessac	France
Labo SCL de Montpellier	34196 Montpellier	France
Laboratorio Arbitral Agroalimentario	28023 Madrid	Espagne
Estación Enológica de Haro	26200 Haro La Rioja	Espagne
Instituto dos Vinho do Douro do Porto	Porto 4050-253	Portugal
IVICAM	13700 Tomelloso, Ciudad Real	Espagne
INCAVI	08720 Vilafranca del Penedès	Espagne
ICQRF Laboratorio di Conegliano/Susegana	31058 SUSEGANNA (TV)	Italie
ICQRF Laboratorio di Catania	95122 CATANIA	Italie
ICQRF Laboratorio di Modena	41100 Modena	Italie
ICQRF laboratorio di Perugia	06128 Perugia	Italie
ICQRF laboratorio di Salerno	84098 Salerno	Italie
ICQRF Laboratorio centrale di Roma	00149 Roma	Italie
Laboratoires DUBERNET	11100 Narbonne	France

Tableau 2 : laboratoires ayant participé à la validation



4. Résultats

	Echantillon N° 1		Echantillon N° 2		Echantillon N° 3		Echantillon N° 4		Echantillon N° 5		Echantillon N° 6	
LAB	POSITION :											
	2	7	4	11	6	12	5	8	9	10	1	3
A	0,21	0,21	0,55	0,55	1,34	1,34	2,58	2,58	4,59	4,60	6,54	6,50
B	0,11	0,14	0,49	0,50	1,32	1,38	2,60	2,57	4,68	4,72	6,52	6,55
C	0,33	0,28	0,68	0,61	1,43	1,35	2,63	2,60	4,63	4,66	6,58	6,51
D			0,62	0,62	1,38	1,36	2,68	2,67	4,69	4,73	6,62	6,64
E	0,20	0,21	0,55	0,56	1,36	1,40	2,61	2,62	4,67	4,68	6,56	6,55
F	0,18	0,12	0,52	0,51	1,31	1,30	2,56	2,56	4,70	4,66	6,51	6,54
G	0,22	0,22	0,55	0,56	1,37	1,37	2,62	2,62	4,68	4,68	6,58	6,57
H			0,41	0,42	1,25	1,27	2,46	2,49	4,57	4,56	6,39	6,40
I	0,20	0,13	0,54	0,48	1,32	1,28	2,60	2,58	4,62	4,62	6,57	6,55
J	0,24	0,24	0,58	0,60	1,41	1,37	2,63	2,63	4,69	4,67	6,55	6,55
K	0,22	0,22	0,56	0,55	1,35	1,35	2,63	2,63	4,67	4,68	6,59	6,58
L	0,22	0,23	0,56	0,57	1,38	1,36	2,63	2,61	4,66	4,67	6,56	6,57
M	0,18	0,18	0,53	0,53	1,33	1,29			4,66	4,65	6,53	6,52
N	0,22	0,23	0,56	0,57	1,38	1,41	2,26	2,61	4,67	4,67	6,51	6,57
O	0,12	0,19	0,53	0,52	1,33	1,33	2,64	2,62	4,67	4,67	6,51	6,55
P	0,25	0,25	0,57	0,58	1,39	1,41	2,66	2,65	4,70	4,68	6,62	6,62
Q	0,22	0,20	0,55	0,59	1,34	1,33	2,61	2,63	4,65	4,63	6,52	6,54
R	0,21	0,21	0,55	0,52	1,29	1,28	2,52	2,55	4,62	4,56	6,50	6,53
S	0,18	0,17	0,41	0,42	1,38	1,37	2,61	2,58	4,63	4,58	6,51	6,48

Tableau 3 : résultats obtenus pour une distillation de 200 ml avec volume de récupération de 200 ml.

Les résultats qui ne sont pas présentés ont été rejetés conformément aux tests de Cochran (variance aberrante) au niveau de rejet de 2,5% (test unilatéral) et de Grubbs (moyennes aberrantes) au niveau de rejet de 2,5% (test bilatéral).

Note : Les valeurs absentes n'ont pas été renseignées par les laboratoires concernés



	Echantillon N° 1		Echantillon N° 2		Echantillon N° 3		Echantillon N° 4		Echantillon N° 5		Echantillon N° 6	
LAB	POSITION :											
	2	7	4	11	6	12	5	8	9	10	1	3
A												
B	0,17	0,18	0,52	0,53	1,34	1,36	2,62	2,62	4,62	4,60	6,48	6,52
C	0,25	0,25	0,56	0,62	1,35	1,36	2,50	2,46	4,48	4,44	6,12	6,19
D	0,29	0,29	0,63	0,63	1,43	1,42	2,66	2,65	4,68	4,69	6,58	6,59
E	0,24	0,24	0,58	0,58	1,39	1,39	2,64	2,64	4,66	4,67	6,55	6,57
F	0,21	0,18	0,53	0,53	1,31	1,27	2,41	2,48	4,30	4,31	6,22	5,89
G	0,24	0,24	0,56	0,57	1,35	1,36	2,58	2,57	4,57	4,56	6,46	6,43
H	0,19	0,18	0,48	0,55	1,33	1,32	2,51	2,55	4,59	4,54	6,38	6,42
I	0,25	0,18	0,56	0,53	1,34	1,33	2,62	2,61	4,64	4,64	6,25	6,28
J	0,24	0,24	0,55	0,56	1,31	1,32	2,49	2,53	4,37	4,34	6,14	6,12
K	0,25	0,25	0,57	0,57	1,37	1,38	2,60	2,61	4,60	4,61	6,48	6,38
L	0,24	0,24	0,55	0,55	1,35	1,31	2,52	2,47	4,38	4,31	6,09	6,06
M	0,19	0,20	0,55	0,55	1,34	1,31			4,68	4,67	6,52	6,54
N	0,28	0,26	0,58	0,59	1,28	1,28	2,52	2,47	4,44	4,32	6,01	6,15
O	0,19	0,25	0,57	0,57	1,39	1,39	2,63	2,64	4,66	4,66	6,57	6,57
P	0,25	0,26	0,57	0,57	1,36	1,36	2,58	2,56	4,54	4,53	6,34	6,38
Q	0,24	0,24	0,57	0,57	1,38	1,38	2,63	2,62	4,66	4,67	6,56	6,56
R	0,23	0,23	0,54	0,55	1,32	1,30	2,54	2,56	4,56	4,52	6,40	6,35
S	0,27	0,26	0,55	0,57	1,34	1,34	2,46	2,43	4,53	4,51	6,36	6,36

Tableau 4 : résultats obtenus pour une distillation de 200 ml avec volume de récupération de 100 ml.

Les résultats qui ne sont pas présentés ont été rejetés conformément aux tests de Cochran (variance aberrante) au niveau de rejet de 2,5% (test unilatéral) et de Grubbs (moyennes aberrantes) au niveau de rejet de 2,5% (test bilatéral).

Note : Les valeurs absentes n'ont pas été renseignées par le laboratoire concerné.



	Echantillon 1	Echantillon 2	Echantillon 3	Echantillon 4	Echantillon 5	Echantillon 6
Nb de laboratoires retenus	17	19	19	17	19	18
Nb de répétitions	2	2	2	2	2	2
Minimum	0,11	0,41	1,25	2,46	4,56	6,48
Maximum	0,33	0,68	1,43	2,68	4,73	6,64
Moyenne globale	0,20	0,54	1,35	2,60	4,65	6,55
Variance de répétabilité	0,00052	0,00033	0,00050	0,00019	0,00036	0,00047
Variance de reproductibilité	0,00211	0,00345	0,00190	0,00229	0,00181	0,00147
Ecartype interlaboratoire	0,043	0,057	0,041	0,047	0,040	0,035
Ecartype de répétabilité	0,02	0,02	0,02	0,01	0,02	0,02
Limite r	0,06	0,05	0,06	0,04	0,05	0,061
CV répétabilité	11,1	3,3	1,7	0,5	0,4	0,3
Ecartype de reproductibilité	0,046	0,059	0,044	0,048	0,043	0,038
Limite R	0,130	0,166	0,123	0,135	0,120	0,109
CV reproductibilité	22,5	10,9	3,2	1,8	0,9	0,6
Horwitz RSDr	3,36	2,90	2,52	2,29	2,09	1,99
Horrat r	3,3	1,1	0,7	0,2	0,2	0,2
Horwitz RSDR	5,10	4,39	3,82	3,46	3,17	3,01
Horrat R	4,4	2,5	0,8	0,5	0,3	0,2

Tableau 5: Données obtenues pour un distillat de 200 ml à partir de 200 ml d'échantillon



	Echantillon 1	Echantillon 2	Echantillon 3	Echantillon 4	Echantillon 5	Echantillon 6
Nb de laboratoires retenus	16	15	18	17	17	17
Nb de répétitions	2	2	2	2	2	2
Minimum	0,17	0,52	1,27	2,41	4,30	6,01
Maximum	0,29	0,63	1,43	2,66	4,69	6,59
Moyenne globale	0,24	0,56	1,35	2,56	4,55	6,38
Variance de répétabilité	0,00006	0,00003	0,00016	0,00050	0,00039	0,00135
Ecartype interlaboratoire	0,03209	0,02496	0,03752	0,07013	0,12167	0,17621
Variance de reproductibilité	0,001	0,001	0,001	0,005	0,015	0,031
Ecartype de répétabilité	0,01	0,01	0,01	0,02	0,02	0,04
Limite r	0,02	0,02	0,04	0,06	0,06	0,104
CV répétabilité	3,2	1,0	0,9	0,9	0,4	0,6
Ecartype de reproductibilité	0,033	0,025	0,039	0,072	0,122	0,178
Limite R	0,092	0,071	0,109	0,203	0,347	0,504
CV reproductibilité	13,8	4,5	2,9	2,8	2,7	2,8
Horwitz RSDr	3,27	2,88	2,52	2,29	2,10	2,00
Horrat r	1,0	0,4	0,4	0,4	0,2	0,3
Horwitz RSDR	4,96	4,36	3,82	3,47	3,18	3,03
Horrat R	2,8	1,0	0,8	0,8	0,9	0,9

Tableau 6: Données obtenues pour un distillat de 100 ml à partir de 200 ml d'échantillon



Annexe III
Paramètres de validation relatifs à la mesure du TAV
par densimétrie électronique (Partie B).

1. Essai interlaboratoires. Fidélité et exactitude sur ajout

1.1. Echantillons

Les échantillons utilisés lors de l'étude collaborative sont décrits dans le tableau 7.

Num	Nature	TAV approximatif (% vol.)
C0	Cidre (filtré sur membrane pour enlever le CO2)	~5
V0	Vin filtré	~10
V1	Vin filtré puis dopé	~11
V2	Vin filtré puis dopé	~12
V3	Vin filtré puis dopé	~13
P0	Vin de liqueur	~16

Tableau 7 : Echantillons de l'étude collaborative

Tous les échantillons sont homogénéisés avant de remplir les bouteilles envoyées aux participants. Pour le vin, 40 litres sont homogénéisés avant envoi et réalisation des ajouts.

Pour les ajouts, dans une fiole jaugée de 5 litres on verse l'éthanol absolu puis on complète au trait de jauge avec le vin filtré. Cette opération est répétée deux fois. Les volumes d'éthanol sont respectivement de 50, 100 et 150 ml pour les échantillons V1, V2 et V3.



1.2 Laboratoires participants

Les laboratoires participants à l'étude collaborative sont décrits dans le tableau 8.

Laboratoire	C.P.	Ville
ALKO Group LTD	FIN-00101	Helsinki
Bénédictine	76400	Fécamp
Casani	18881	Gemenos
CIVC	51200	Epernay
Cointreau	49181	St Barthélémy d'Anjou
Courvoisier	16200	Jarnac
Hennessy	16100	Cognac
IDAC	44120	Vertou
Laboratoire Gendrot	33000	Bordeaux
Martell	16100	Cognac
Ricard	94320	Thiais
SOEC Martin Vialatte	51319	Epernay

Tableau 8 : liste des laboratoires participants à l'étude collaborative

Afin de ne pas introduire de biais méthodologique, les résultats de la Station Viticole du Bureau National Interprofessionnel du Cognac (organisatrice de l'étude collaborative) ne sont pas pris en compte.

1.1.1. Analyses

On a effectué deux distillations indépendantes pour les produits C0 et P0 et trois distillations indépendantes pour les produits V0, V1, V2 et V3. Pour chaque distillat trois déterminations du TAV, reportées dans le tableau de résultats, sont réalisées.



1.1.2. Résultats

La deuxième détermination des trois réalisées est retenue pour l'étude de la fidélité (tableau 9).

Laboratoire	C0	V0	V1	V2	V3	P0
1	6,020	9,500	10,390	11,290	12,100	17,080
	5,970	9,470	10,380	11,260	12,150	17,080
		9,450	10,340	11,260	12,150	
2	6,040	9,500	10,990	11,270	12,210	17,050
	6,040	9,500	10,390	11,280	12,210	17,050
		9,510	10,400	11,290	12,200	
3	5,960	9,460	10,350	11,280	12,170	17,190
	5,910	9,460	10,360	11,280	12,150	17,200
		9,450	10,340	11,260	12,170	
4	6,020	9,470	10,310	11,250	12,160	16,940
	6,020	9,450	10,350	11,250	12,120	17,070
		9,450	10,330	11,210	12,130	
5	5,950	9,350	10,250	11,300	12,050	17,000
	5,950	9,430	10,250	11,300	12,050	17,000
		9,430	10,250	11,300	12,050	
6	6,016	9,513	10,370	11,275	12,222	17,120
	6,031	9,513	10,336	11,266	12,222	17,194
		9,505	10,386	11,275	12,220	
7	5,730	9,350	10,230	11,440	12,080	17,010
	5,730	9,430	10,220	11,090	12,030	16,920
		9,460	10,220	11,080	11,930	
8	5,990	9,400	10,340	11,160	12,110	17,080
	6,000	9,440	10,320	11,150	12,090	17,110
		9,440	10,360	11,210	12,090	
9	6,031	9,508	10,428	11,289	12,180	17,089
	6,019	9,478	10,406	11,293	12,215	17,084
		9,509	10,411	11,297	12,215	
10	6,030	9,500	10,380	11,250	12,150	17,130
	6,020	9,510	10,380	11,250	12,150	17,100
		9,510	10,380	11,250	12,160	
11	6,020	9,480	10,400	11,260	12,150	17,040
	6,000	9,470	10,390	11,260	12,140	17,000
		9,490	10,370	11,240	12,160	

Tableau 9 : Résultats (deuxième détermination par distillat) (% vol.)

Exemplaire certifié conforme, Paris-réunion hybride, le 12 juillet 2021
 Le Directeur général de l'OIV
 Secrétaire de l'Assemblée générale

Pau ROCA



1.1.3. Calcul de répétabilité et de reproductibilité

Les calculs de répétabilité et de reproductibilité sont réalisés conformément à la norme NF X 06-041, septembre 1983, ISO 5725. Le tableau 10 présente les écarts-types par cellule (laboratoire x échantillon).

Laboratoire	C0	V0	V1	V2	V3	P0
1	0,0354	0,0252	0,0265	0,0173	0,0289	0,0000
2	0,0000	0,0058	0,3436	0,0100	0,0058	0,0000
3	0,0354	0,0058	0,0100	0,0115	0,0115	0,0071
4	0,0000	0,0115	0,0200	0,0231	0,0208	0,0919
5	0,0000	0,0462	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
6	0,0106	0,0046	0,0255	0,0052	0,0012	0,0523
7	0,0000	0,0569	0,0058	0,2050	0,0764	0,0636
8	0,0071	0,0231	0,0200	0,0321	0,0115	0,0212
9	0,0085	0,0176	0,0115	0,0040	0,0202	0,0035
10	0,0071	0,0058	0,0000	0,0000	0,0058	0,0212
11	0,0141	0,0100	0,0153	0,0115	0,0100	0,0283

Tableau 10 : Table des dispersions (écart-types en % vol.)

Trois cellules présentent des dispersions fortes (Probabilité associée au test de Cochran inférieure à 1 %). Ces cellules sont représentées en grisé (tableau 10). Pour le laboratoire 7 et le produit V3, l'écart-type de 0,0764 est conservé malgré le résultat du test de Cochran car il est du même ordre de grandeur que celui observé pour le même laboratoire sur le produit V0.

L'examen des valeurs par distillat (tableau 9) conduit à éliminer :

- laboratoire 2, produit V1, la valeur 10,990, - laboratoire 7, produit V2, la valeur 11,440.



Après avoir éliminé ces deux valeurs les moyennes par cellule (laboratoire x échantillon) sont calculées (tableau 11).

Laboratoire	C0	V0	V1	V2	V3	P0
1	5,9950	9,4733	10,3700	11,2700	12,1333	17,0800
2	6,0400	9,5033	10,3950	11,2800	12,2067	17,0500
3	5,9350	9,4567	10,3500	11,2733	12,1633	17,1950
4	6,0200	9,4567	10,3300	11,2367	12,1367	17,0050
5	5,9500	9,4033	10,2500	11,3000	12,0500	17,0000
6	6,0235	9,5103	10,3640	11,2720	12,2213	17,1570
7	5,7300	9,4133	10,2233	11,0850	12,0133	16,9650
8	5,9950	9,4267	10,3400	11,1733	12,0967	17,0950
9	6,0250	9,4983	10,4150	11,2930	12,2033	17,0865
10	6,0250	9,5067	10,3800	11,2500	12,1533	17,1150
11	6,0100	9,4800	10,3867	11,2533	12,1500	17,0200

Tableau 11 : Table des moyennes (moyennes en % vol.)

Les valeurs données par le laboratoire 7 sont généralement basses (tableau 11). Dans le cas du cidre, la moyenne pour ce laboratoire est fortement éloignée de celles des autres laboratoires (Probabilité associée au test de Dixon inférieure à 1 %). Les résultats de ce laboratoire pour ce produit sont éliminés.

Le tableau 12 présente les répétabilités et reproductibilités calculées.

Echantillon	P	n	TAV	S ² r	S ² L	r	R
C0	10	20	6,002	0,000298	0,001033	0,049	0,103
V0	11	33	9,466	0,000654	0,001255	0,072	0,124
V1	11	32	10,344	0,000255	0,003485	0,045	0,173
V2	11	32	11,249	0,000219	0,003113	0,042	0,163
V3	11	33	12,139	0,000722	0,003955	0,076	0,194
P0	11	22	17,070	0,001545	0,004154	0,111	0,214

Tableau 12 : Calcul des répétabilités et des reproductibilités

Légende :

- p : nombre de laboratoires retenus
n : nombre de valeurs retenues



TAV : TAV moyen (% vol.)
 S^2r : variance de répétabilité (% vol.)²
 S^2L : variance interlaboratoire (% vol.)²
 r : répétabilité (% vol.)
 R : reproductibilité (% vol.)

La reproductibilité augmente avec le TAV des échantillons (figure 2). L'augmentation de la répétabilité en fonction du TAV est moins marquée, ainsi une répétabilité globale est calculée en fonction de la variance de répétabilité moyenne. Ainsi, pour des échantillons de TAV compris entre 4 et 18 % vol.,

Répétabilité (r) = 0,067 (% vol.),

Reproductibilité (R) = 0,0454 + 0,0105 x TAV.

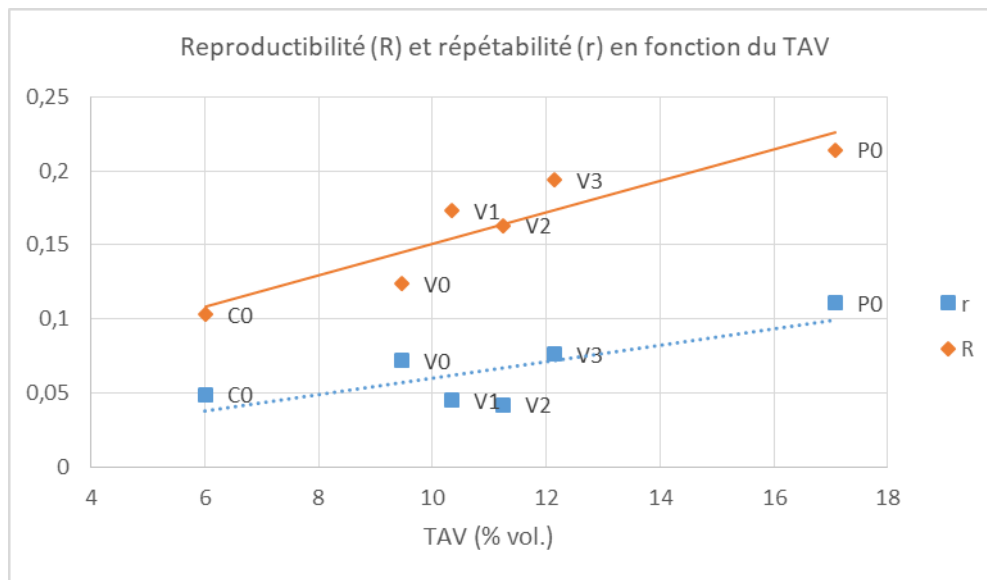


Figure 2 : Répétabilité et reproductibilité en fonction du titre alcoométrique volumique

1.1.4. Exactitude sur les ajouts réalisés sur le vin

La droite de régression du titre alcoométrique après ajout en fonction du volume d'éthanol ajouté fournit, pour un volume de 0 ml, une estimation du titre alcoométrique initial du produit (figure 3). Cette régression est réalisée avec les valeurs moyennes par laboratoire (tableau 11).

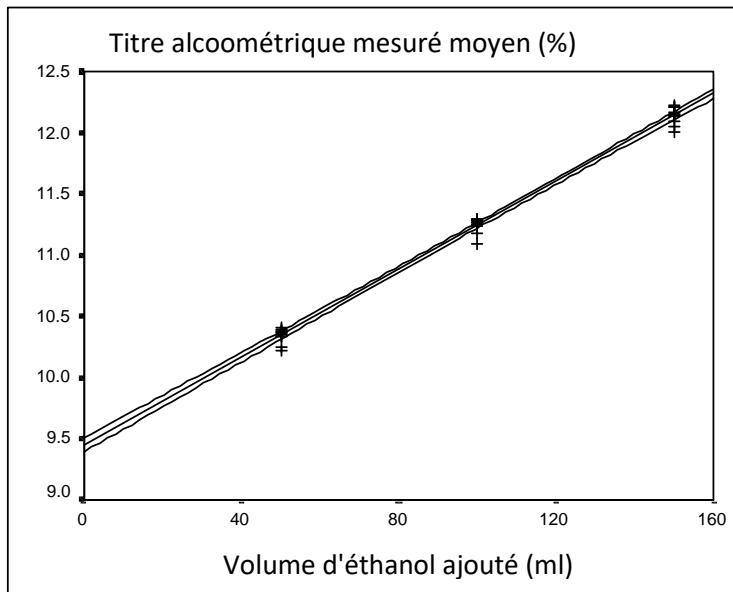


Figure 3 : Régression du TAV mesuré sur le volume d'éthanol ajouté

La mesure réalisée sur le produit initial n'intervient pas dans cette estimation. Cette estimation est comparée à la moyenne des mesures réalisées sur ce produit avant ajout, les intervalles de confiance relatifs à ces deux estimations sont calculés (tableau 13).

BI	moyenne des mesures	BS	BI	estimation avec mesures sur produits + ajouts	BS
9,440	9,466	9,492	9,392	9,450	9,508

Tableau 13 : Ajouts sur produits

Légende : BI : borne inférieure de l'intervalle de confiance à 95% BS : borne supérieure de l'intervalle de confiance à 95%

Les deux intervalles de confiance possèdent une zone de recouvrement importante. Grâce aux mesures sur les échantillons « dopés » on retrouve donc le titre alcoométrique volumique du produit initial.

1.1.5. Conclusion de l'essai interlaboratoires

Les déterminations de la répétabilité et de la reproductibilité par les essais interlaboratoires donnent les équations suivantes, pour des produits de TAV situé entre 4 et 18 % vol. :

Répétabilité (r) = 0,067 (% vol.),

Reproductibilité (R) = 0,0454 + 0,0105 x TAV (% vol.).

Les indicateurs de Horwitz, Hor et HoR sont faibles (tableau 14). Ils indiquent donc une bonne précision de la méthode par rapport au niveau d'analyte mesuré.



Echantillon	C0	V0	V1	V2	V3	P0
n	20	33	32	32	33	22
p	10	11	11	11	11	11
TAV	6,0019	9,4662	10,3443	11,2492	12,1389	17,0699
r	0,0489	0,0724	0,0452	0,0419	0,0760	0,1113
sr	0,0173	0,0256	0,0160	0,0148	0,0269	0,0393
RSDr	0,2878	0,2702	0,1543	0,1316	0,2214	0,2303
RSDrH	2,0159	1,8822	1,8573	1,8340	1,8131	1,7224
Hor	0,1428	0,1436	0,0831	0,0718	0,1221	0,1337
R	0,1033	0,1237	0,1731	0,1634	0,1935	0,2136
sR	0,0365	0,0437	0,0612	0,0577	0,0684	0,0755
RSDR	0,6080	0,4616	0,5912	0,5131	0,5634	0,4423
RSDRH	3,0543	2,8519	2,8141	2,7788	2,7471	2,6097
HoR	0,1991	0,1619	0,2101	0,1847	0,2051	0,1695

Tableau 14 : Tableau résumé sur la fidélité de la méthode

Légende :

- n : nombre de valeurs retenues
- p : nombre de laboratoires retenus
- TAV : TAV moyen (% vol.)
- r : répétabilité (% vol.)
- sr : Ecart-type de répétabilité (% vol.)
- RSDr : Coefficient de variation de répétabilité (sr x 100 / TAV) (%)
- RSDrH : Coefficient de variation de répétabilité d'Horwitz (0,66 x RSDRH) (%)
- Hor : Valeur de répétabilité d'Horrat (RSDr/RSDrH)
- R : reproductibilité (% vol.)
- sR : Ecart-type de reproductibilité (% vol.)
- RSDR : Coefficient de variation de reproductibilité (sR x 100 / TAV) (%)
- RSDRH : Coefficient de variation de reproductibilité d'Horwitz
($2^{(1-0,5\log(TAV))}$) (%)
- HoR : Valeur de reproductibilité d'Horrat (RSDR/RSDRH)

Lors des essais interlaboratoires, les mesures réalisées sur un vin avec ajouts permettent de retrouver la valeur obtenue avant ajout, on obtient respectivement les valeurs 9,45 et 9,47 % vol.



Annexe IV

Comparaison des mesures effectuées à l'aide de la balance hydrostatique (Méthode C) avec celles obtenues par densimétrie électronique (Méthode B)

A partir d'échantillons dont le titre alcoométrique est compris entre 4 % vol. et 18 % vol., il a été procédé à la mesure de la répétabilité et de la reproductibilité après un essai inter-laboratoire. Il s'agit d'une comparaison des mesures du titre alcoométrique de différents échantillons par la balance hydrostatique et par le densimètre électronique, incluant les valeurs de répétabilité et de reproductibilité dérivées des essais d'intercomparaison pluriannuels effectués sur une grande échelle.

1. *Echantillons* : Il s'agit de vins de différentes densités et titres alcoométriques préparés mensuellement à une échelle industrielle, tirés d'un stock de bouteilles conservées dans des conditions normales, et fournis de manière anonyme aux laboratoires.
2. *Laboratoires* : laboratoires participant aux essais mensuels organisés par *Unione Italiana Vini Verona, Italy* d'après la réglementation ISO 5725 (UNI 9225) et le 'International Protocol of Proficiency test for chemical analysis laboratories' établi par l'AOAC, l'ISO et l'IUPAC (J. AOAC Intern., 1993, 74/4) et d'après les lignes directrices ISO 43 and ILAC G13. Un rapport annuel est fourni par la société citée à tous les participants.
3. *Appareils* :
 - Une balance hydrostatique électronique (dont la précision permet de donner la 5ème décimale de la densité) et éventuellement équipée d'un appareil de traitement de données.
 - Un densimètre électronique éventuellement équipé d'un passeur automatique d'échantillon.
4. *Analyses*
 - La mesure sur le distillat est répétée 2 fois.
5. *Résultats*
 - Le Tableau 15 montre les résultats de mesure obtenus par les laboratoires utilisant une balance hydrostatique.
 - Le Tableau 16 montre les résultats obtenus par les laboratoires utilisant un densimètre électronique.

6. Evaluation des résultats

Reproductibilité interlaboratoire

Une valeur Horrat de 1 indique normalement une reproductibilité interlaboratoire satisfaisante, alors qu'une valeur supérieure à 2 indique normalement une reproductibilité non satisfaisante, i.e. une reproductibilité trop variable pour des raisons analytiques ou quand la variation obtenue est plus élevée que celle estimée pour la méthode employée. Hor est aussi calculé et utilisé pour déterminer la reproductibilité intra-laboratoire en utilisant l'approximation suivante :

$RSDr(\text{Horwitz}) = 0,66 RSDR(\text{Horwitz})$ (ce qui suppose l'approximation suivante : $r = 0,66 R$).



Le Tableau 17 montre les différences entre les mesures obtenues par les laboratoires utilisant le densimètre électronique et ceux utilisant la balance hydrostatique. En dehors de l'échantillon 2000/3 qui a un titre alcoométrique très faible et pour lequel les deux techniques montrent une faible reproductibilité, une bonne concordance est observée pour les autres échantillons.

D.1 Paramètres de fidélité

Le Tableau 18 montre la moyenne générale des paramètres de fidélité calculée à partir de tous les essais mensuels qui se sont déroulés entre janvier 1999 et mai 2001.

En particulier :

Répétabilité (r)= 0,074 (% vol.) pour la balance hydrostatique et
0,061 (% vol.) pour la densimétrie électronique ;

Reproductibilité (R)= 0,229 (% vol.) pour la balance hydrostatique et
0,174 (% vol.) pour la densimétrie électronique,



Tableau 15 : Balance Hydrostatique (BH)

	moyenne	n	aberrants	n1	r	sr	RSDr	Hor	R	sR	RSDR	HoR	no. de	différence
1999/1	11,043	17	1	16	0,0571	0,0204	0,1846	0,1004	0,1579	0,0564	0,5107	0,18	2	0,108
1999/2	11,247	14	1	13	0,0584	0,0208	0,1854	0,1011	0,1803	0,0644	0,5727	0,21	2	0,1241
1999/3	11,946	16	0	16	0,0405	0,0145	0,1211	0,0666	0,1593	0,0569	0,4764	0,17	2	0,1108
1999/4	7,653	17	1	16	0,0502	0,0179	0,2344	0,1206	0,1537	0,0549	0,7172	0,24	2	0,1057
1999/5	11,188	17	0	17	0,0871	0,0311	0,278	0,1515	0,2701	0,0965	0,8622	0,31	2	0,186
1999/6	11,276	19	0	19	0,0846	0,0302	0,268	0,1462	0,2957	0,1056	0,9365	0,34	2	0,2047
1999/7	8,018	17	0	17	0,089	0,0318	0,3964	0,2054	0,2573	0,0919	1,1462	0,39	2	0,1764
1999/9	11,226	17	0	17	0,058	0,0207	0,1846	0,1423	0,2796	0,0999	0,8896	0,45	2	0,1956
1999/10	11,026	17	0	17	0,0606	0,0216	0,1961	0,1066	0,2651	0,0947	0,8588	0,31	2	0,185
1999/11	7,701	16	1	15	0,0643	0,0229	0,298	0,1535	0,233	0,0832	1,0805	0,37	2	0,1616
1999/12	10,987	17	2	15	0,0655	0,0234	0,2128	0,1156	0,1258	0,0449	0,4089	0,15	2	0,0827
2000/1	11,313	16	0	16	0,0986	0,0352	0,3113	0,1699	0,2577	0,092	0,8135	0,29	2	0,1754
2000/2	11,232	17	0	17	0,0859	0,0307	0,2731	0,1489	0,2535	0,0905	0,806	0,29	2	0,174
2000/3	0,679	10	0	10	0,068	0,0243	3,5773	1,2783	0,6529	0,2332	34,3395	8,1	2	0,4604
2000/4	11,223	18	0	18	0,0709	0,0253	0,2257	0,123	0,2184	0,078	0,6951	0,25	2	0,1503
2000/5	7,439	19	1	18	0,063	0,0225	0,3023	0,1549	0,1522	0,0544	0,7307	0,25	2	0,1029
2000/6	11,181	19	0	19	0,0536	0,0191	0,171	0,0932	0,2783	0,0994	0,889	0,32	2	0,195
2000/7	10,858	16	0	16	0,0526	0,0188	0,1731	0,0939	0,1827	0,0653	0,6011	0,22	2	0,1265
2000/9	12,031	17	1	16	0,0602	0,0215	0,1787	0,0985	0,2447	0,0874	0,7263	0,26	2	0,1704
2000/10	11,374	18	0	18	0,0814	0,0291	0,2555	0,1395	0,2701	0,0965	0,8482	0,31	2	0,1866
2000/11	7,644	18	0	18	0,0827	0,0295	0,3863	0,1988	0,2289	0,0817	1,0694	0,36	2	0,1565
2000/12	11,314	19	1	18	0,0775	0,0277	0,2447	0,1336	0,2421	0,0864	0,7641	0,28	2	0,1667
2001/1	11,415	19	0	19	0,095	0,0339	0,2971	0,1623	0,241	0,0861	0,7539	0,27	2	0,1636
2001/2	11,347	19	0	19	0,0792	0,0283	0,2493	0,1361	0,1944	0,0694	0,6119	0,22	2	0,1316
2001/3	11,818	16	0	16	0,0659	0,0235	0,199	0,1093	0,2636	0,0941	0,7965	0,29	2	0,1834
2001/4	11,331	17	0	17	0,1067	0,0381	0,3364	0,1836	0,1895	0,0677	0,5971	0,22	2	0,1229
2001/5	8,063	19	1	18	0,0782	0,0279	0,3465	0,1797	0,1906	0,0681	0,8442	0,29	2	0,129



Tableau 16: Densimétrie électronique (DE)

	AVG n1	n	aberrants	n1	r	sr	RSDr	Hor	R	sR	RSDR	HoR	no. de	différence
D1999/1	11,019	18	1	17	0,0677	0,0242	0,2196	0,1193	0,1996	0,0713	0,6470	0,23	2	0,1370
D1999/2	11,245	19	2	17	0,0448	0,0160	0,1423	0,0776	0,1311	0,0468	0,4165	0,15	2	0,0900
D1999/3	11,967	21	0	21	0,0701	0,0250	0,2091	0,1151	0,1552	0,0554	0,4631	0,17	2	0,1040
D1999/4	7,643	19	1	18	0,0610	0,0218	0,2852	0,1467	0,1340	0,0479	0,6262	0,21	2	0,0897
D1999/5	11,188	21	3	18	0,0260	0,0093	0,0829	0,0452	0,2047	0,0731	0,6536	0,24	2	0,1442
D1999/6	11,303	21	0	21	0,0652	0,0233	0,2061	0,1125	0,1466	0,0523	0,4631	0,17	2	0,0984
D1999/7	8,026	21	0	21	0,0884	0,0316	0,3935	0,2039	0,1708	0,0610	0,7600	0,26	2	0,1124
D1999/9	11,225	17	0	17	0,0372	0,0133	0,1183	0,0645	0,1686	0,0602	0,5366	0,19	2	0,1178
D1999/10	11,011	19	0	19	0,0915	0,0327	0,2969	0,1613	0,1723	0,0615	0,5588	0,20	2	0,1129
D1999/11	7,648	21	1	20	0,0615	0,0220	0,2872	0,1478	0,1538	0,0549	0,7183	0,24	2	0,1043
D1999/12	10,999	16	1	15	0,0428	0,0153	0,1389	0,0755	0,2015	0,0720	0,6541	0,23	2	0,1408
D2000/1	11,248	22	1	21	0,0697	0,0249	0,2212	0,1206	0,1422	0,0508	0,4516	0,16	2	0,0944
D2000/2	11,240	19	3	16	0,0448	0,0160	0,1424	0,0776	0,1619	0,0578	0,5145	0,19	2	0,1123
D2000/3	0,526	12	1	11	0,0327	0,0117	2,2185	0,7630	0,9344	0,3337	63,4009	14,39	2	0,6605
D2000/4	11,225	19	1	18	0,0476	0,0170	0,1514	0,0825	0,1350	0,0482	0,4295	0,15	2	0,0924
D2000/5	7,423	21	0	21	0,0628	0,0224	0,3019	0,1547	0,2635	0,0941	1,2677	0,43	2	0,1836
D2000/6	11,175	23	2	21	0,0606	0,0217	0,1938	0,1056	0,1697	0,0606	0,5424	0,20	2	0,1161
D2000/7	10,845	21	5	16	0,0440	0,0157	0,1449	0,0786	0,1447	0,0517	0,4766	0,17	2	0,0999
D2000/9	11,983	22	1	21	0,0841	0,0300	0,2507	0,1380	0,2410	0,0861	0,7183	0,26	2	0,1651
D2000/10	11,356	22	1	21	0,0635	0,0227	0,1997	0,1090	0,1865	0,0666	0,5866	0,21	2	0,1280
D2000/11	7,601	27	0	27	0,0521	0,0186	0,2448	0,1258	0,1685	0,0602	0,7916	0,27	2	0,1162
D2000/12	11,322	25	1	24	0,0476	0,0170	0,1503	0,0820	0,1594	0,0569	0,5028	0,18	2	0,1102
D2001/1	11,427	29	0	29	0,0706	0,0252	0,2207	0,1206	0,1526	0,0545	0,4771	0,17	2	0,1020
D2001/2	11,320	29	1	28	0,0675	0,0241	0,2128	0,1161	0,1570	0,0561	0,4952	0,18	2	0,1057
D2001/3	11,826	34	1	33	0,0489	0,0175	0,1476	0,0811	0,1762	0,0629	0,5322	0,19	2	0,1222
D2001/4	11,339	31	2	29	0,0639	0,0228	0,2012	0,1099	0,1520	0,0543	0,4788	0,17	2	0,1026
D2001/5	8,058	28	0	28	0,0473	0,0169	0,2098	0,1088	0,2025	0,0723	0,8976	0,31	2	0,1412

Exemplaire certifié conforme, Paris-réunion hybride, le 12 juillet 2021
 Le Directeur général de l'OIV
 Secrétaire de l'Assemblée générale

Pau ROCA



Tableau 17: Comparaison des résultats entre la balance hydrostatique (BH) et la densimétrie électronique (DE)

	Moyenne (BH)	n	Valeurs	n1		Moyenne (DE)	n	Valeurs	n1	%TAV(BH-DE)
1999/1	11,043	17	1	16	D1999/1	11,019	18	1	17	0,024
1999/2	11,247	14	1	13	D1999/2	11,245	19	2	17	0,002
1999/3	11,946	16	0	16	D1999/3	11,967	21	0	21	-0,021
1999/4	7,653	17	1	16	D1999/4	7,643	19	1	18	0,010
1999/5	11,188	17	0	17	D1999/5	11,188	21	3	18	0,000
1999/6	11,276	19	0	19	D1999/6	11,303	21	0	21	-0,028
1999/7	8,018	17	0	17	D1999/7	8,026	21	0	21	-0,008
1999/9	11,226	17	0	17	D1999/9	11,225	17	0	17	0,002
1999/10	11,026	17	0	17	D1999/10	11,011	19	0	19	0,015
1999/11	7,701	16	1	15	D1999/11	7,648	21	1	20	0,052
1999/12	10,987	17	2	15	D1999/12	10,999	16	1	15	-0,013
2000/1	11,313	16	0	16	D2000/1	11,248	22	1	21	0,065
2000/2	11,232	17	0	17	D2000/2	11,240	19	3	16	-0,008
2000/3	0,679	10	0	10	D2000/3	0,526	12	1	11	• 0,153
2000/4	11,223	18	0	18	D2000/4	11,225	19	1	18	-0,002
2000/5	7,439	19	1	18	D2000/5	7,423	21	0	21	0,016
2000/6	11,181	19	0	19	D2000/6	11,175	23	2	21	0,006
2000/7	10,858	16	0	16	D2000/7	10,845	21	5	16	0,013
2000/9	12,031	17	1	16	D2000/9	11,983	22	1	21	0,049
2000/10	11,374	18	0	18	D2000/10	11,356	22	1	21	0,018
2000/11	7,644	18	0	18	D2000/11	7,601	27	0	27	0,043
2000/12	11,314	19	1	18	D2000/12	11,322	25	1	24	-0,008
2001/1	11,415	19	0	19	D2001/1	11,427	29	0	29	-0,012
2001/2	11,347	19	0	19	D2001/2	11,320	29	1	28	0,027
2001/3	11,818	16	0	16	D2001/3	11,826	34	1	33	-0,008
2001/4	11,331	17	0	17	D2001/4	11,339	31	2	29	-0,008
2001/5	8,063	19	1	18	D2001/5	8,058	28	0	28	0,004
Différence générale / % TAV (BH-DE)										0,014
Ecart type/différence										0,036
* Essai 2000/3 n'est pas pris en compte										

Exemplaire certifié conforme, Paris-réunion hybride, le 12 juillet 2021
 Le Directeur général de l'OIV
 Secrétaire de l'Assemblée générale

Pau ROCA



Tableau 18: Paramètres de fidélité

MOYENNE	Balance hydrostatique	Densimétrie électronique
n1	441	557
variance relative de répétabilité	0,309	0,267
r	0,074	0,061
sr	0,026	0,022
variance relative de reproductibilité	2,948	2,150
R	0,229	0,174
sR	0,082	0,062



8 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.

- Pycnométrie:

JAULMES P., *Analyse des vins*. 1951. 67.

JAULMES P., *Trav. Soc. Pharm. Montpellier*. 1952. **12**. 154.

JAULMES P., *Ann. Fals. Fraudes*. 1953. **46**. 84; 1954. **47**. 191.

JAULMES P., CORDIER Mlle S., *Trav. Soc. Pharm. Montpellier*. 1956. **16**. 115; 1960. **20**. 137.

JAULMES P., BRUN Mme S., *Ann. Fals. Exp. Chim.*, 1963. **56**. 129.

Balance hydrostatique

F.V. n. 1096; Cabanis Marie-Thérèse., Cassanas Geneviève, Raffy Joëlle,

Cabanis J.C., 1999: Validation de la mesure du titre alcoométrique volumique;

Cabanis Marie-Thérèse., Cassanas Geneviève, Raffy Joëlle, Cabanis J.C., 1999: Intérêt de la balance hydrostatique "nouvelle génération" pour la détermination du titre alcoométrique des vins et des boissons spiritueuses. *Rev. Franç. Œnol.*, 177/juillet-août, 28-31;

Versini G., Larcher R., 2002: Comparison of wine density and alcoholic strength measurement by hydrostatic balance and electronic density-meter. Communication at the OIV Sub-commission of analytical methods, Paris, 1315 March 2002

OIV, Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts, Tables ?? par ex.

Office International de la Vigne et du Vin; Paris;

'International Protocol of Proficiency test for chemical analysis laboratories', *J. AOAC Intern.*, 1993, 74/4

normes ISO 5725 et guides ISO 43;

OIV Resolution OENO 6/1999;

Horwitz W., 1995. Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies, *Pure and Applied Chemistry*, 67/2, 331-343.

- 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.
- OIML, Organisation Internationale de Métrologie Légale, R22:1973, Tables alcoométriques internationales
- 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 éthylique 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.