

RÉSOLUTION OIV-OENO 601A-2021

REVISION DE LA METHODE OIV-MA-AS2-01A

MASSE VOLUMIQUE ET DENSITE RELATIVE A 20°C

AVERTISSEMENT : cette résolution abroge la résolution et les méthodes suivantes :

- OIV-SCMA 437-2012
- méthode OIV-MA-AS2-01A : 2009
- méthode OIV-MA-AS2-01B: 2009

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 »,

CONSIDÉRANT 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),

CONSIDÉRANT 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-AS2-01A et OIV-MA-AS2-01B donnant à la méthode la nouvelle nomenclature OIV-MA-AS2-01: 2021 et de les fusionner en une seule méthode comme suit :

Masse volumique et densité relative à 20°C

Méthode Type I et IV

1. Domaine d'application

Cette résolution est applicable pour déterminer la masse volumique et la densité relative à 20 °C des vins et des moûts soit par :

- Pycnométrie méthode de type I,

- Densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion méthode de type I,
- Densimétrie utilisant la balance hydrostatique méthode de type I,
- Aréométrie méthode de type IV.

2. Définition

La masse volumique est le quotient de la masse d'un certain volume de vin ou de moût à 20 °C par ce volume. Elle s'exprime en grammes par centimètre cube (g/cm³) et son symbole est $\rho_{20}^{\circ\text{C}}$.

La densité relative est le ratio de la masse volumique d'une substance sur la masse volumique d'un matériau donné en référence. Pour l'analyse d'un vin ou d'un moût, elle est typiquement exprimée comme le ratio de la masse volumique du vin ou du moût à 20°C sur la masse volumique de l'eau à 20°C. Son symbole est : $d_{20}^{20^{\circ}\text{C}}$

Remarque : il est possible d'obtenir la densité relative à partir de la masse volumique ρ_{20} à 20 °C:

$\rho_{20} = 0.998203 \times d_{20}^{20^{\circ}\text{C}}$ ou $d_{20}^{20^{\circ}\text{C}} = \rho_{20} / 0.998203$ (où 0,998203 est la masse volumique de l'eau à 20 °C en g/ cm³)

3. Principe des méthodes

Le principe de chaque méthode est détaillé dans les parties suivantes :

Méthode A : pycnométrie

Méthode B : densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion

Méthode C : densimétrie utilisant la balance hydrostatique

Méthode D : aréométrie

Remarque : Pour les déterminations très précises, la masse volumique doit être corrigée de l'action du dioxyde de soufre.

$$\rho_{20} \text{ (g/cm}^3\text{)} = \rho'_{20} - 0.0006 \times S$$

$$\rho_{20} \text{ (g/cm}^3\text{)} = \text{masse volumique corrigée}$$

$$\rho'_{20} \text{ (g/cm}^3\text{)} = \text{masse volumique observée}$$

$$S \text{ (g/L)} = \text{dioxyde de soufre total}$$

4. Traitement préalable de l'échantillon

Si le vin ou le moût contient des quantités notables de dioxyde de carbone, en chasser la plus grande quantité par exemple en agitant de 250 ml d'échantillon dans un flacon de 1000 ml, ou en filtrant sous pression réduite sur 2 g de coton placé dans une allonge, ou par toute autre méthode.

Masse volumique à 20 °C et densité relative à 20 °C par pycnométrie (Méthode de type I)

A.1. Principe

Pour une température déterminée, la masse volumique du vin ou du moût 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 rôdé 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.

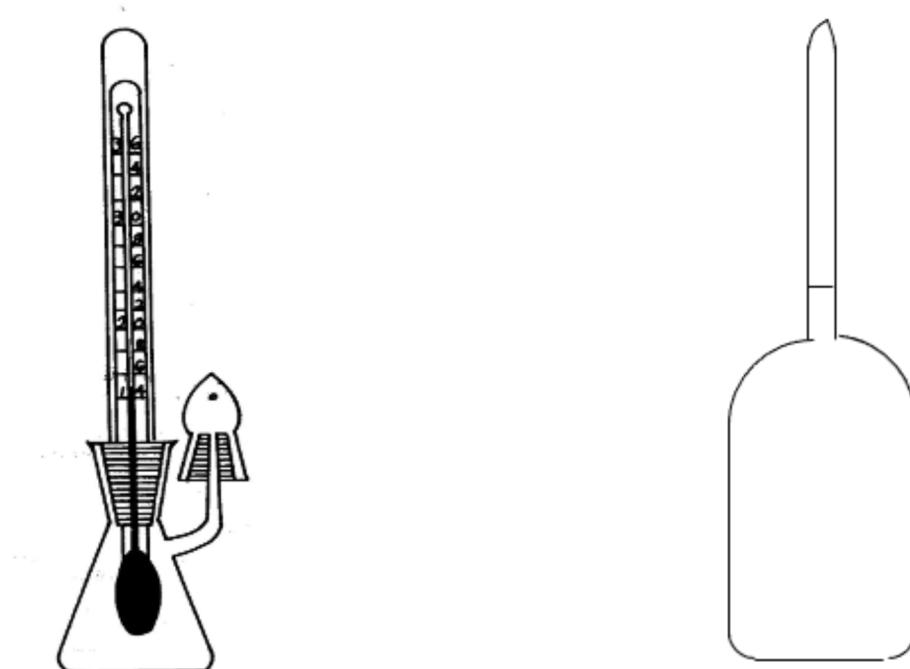


FIGURE 1: Pycnomètre et son flacon tare

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.

A3.2. 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 de 1,01 (solution de chlorure de sodium à 2 %, m/v).

A3.3. Enceinte calorifugée s'adaptant exactement au corps du pycnomètre.

A3.4. Balance à deux plateaux, sensible au dixième de milligramme

Ou

Balance monoplateau, sensible au dixième de milligramme.

A3.5. 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 (A2.1) 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 (g) = masse d'air contenue dans le pycnomètre

$$m \text{ (g)} = 0,0012 (p - p')$$

- Volume à 20 °C en ml:

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

F_t = facteur relevé dans la table I pour la température t °C

$V_{20\text{ °C}}$ doit être connu à ± 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 (g/cm³) = masse volumique de l'eau à 20 °C

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

Calculs

- Tare du pycnomètre vide :

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

$$m(\text{g}) = 0,0012 (P_1 - P)$$

- 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 ± 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 :

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:

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

Calculer la masse volumique à 20 °C à l'aide d'une des tables de correction dans l'annexe I ci-après, suivant la nature du liquide étudié et du type de pycnomètre utilisé : vin sec et vin désalcoolisé (table II ou V), moût naturel ou concentré (table III ou VI), vin de liqueur (table IV ou VII).

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

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

Calculer la masse volumique à 20 °C du liquide étudié : vin sec, moût naturel et concentré, vin de liqueur, comme il est indiqué en A.4.2.1.

A.5. Expression des résultats

La masse volumique est exprimée en g/cm³ avec 5 décimales.

A.6. Fidélité

A.6.1. Répétabilité sur la masse volumique :

- Pour les vins secs et sucrés, exceptés les vins de liqueur : $r = 0,00010 \text{ g/cm}^3$
- Pour les vins de liqueur : $r = 0,00018 \text{ g/cm}^3$

A.6.2. Reproductibilité sur la masse volumique :

- Pour les vins secs et sucrés, excepté les vins de liqueur : $R = 0,00037 \text{ g/cm}^3$
- Pour les vins de liqueur : $R = 0,00045 \text{ g/cm}^3$

A.7. Exemple numérique

A.7.1. Pycnométrie sur balance à deux plateaux

A/ Etalonnage du pycnomètre

1. Pesée du pycnomètre propre et sec :

- Tare = pycnomètre + p
- $p = 104,9454 \text{ g}$

2. Pesée du pycnomètre plein d'eau à la température t °C :

- Tare = pycnomètre + eau + p'
- $p' = 1,2396 \text{ g}$ pour $t = 20,5 \text{ °C}$

3. Calcul de la masse d'air contenue dans le pycnomètre :

- $m = 0,0012 (p - p')$
- $m = 0,0012 (104,9454 - 1,2396)$
- $m = 0,1244$

4. Caractéristiques à retenir :

- Tare du pycnomètre vide : $p + m$
- $p + m = 104,9454 + 0,1244$
- $p + m = 105,0698 \text{ g}$
- Volume à 20 °C = $(p + m - p') \times F_t \text{ °C}$
- $F_{20,50 \text{ °C}} = 1,001900$
- $V_{20 \text{ °C}} = (105,0698 - 1,2396) \times 1,001900$
- $V_{20 \text{ °C}} = 104,0275 \text{ ml}$
- Masse en eau à 20 °C = $V_{20 \text{ °C}} \times 0,998203$

$$M_{20 \text{ °C}} = 103,8405 \text{ g}$$

B/ Détermination de la masse volumique à 20 °C et de la densité 20 °C/20 °C d'un vin sec :

$$p'' = 1,2622 \text{ g à } 17,80 \text{ °C}$$

$$\rho_{17,80 \text{ °C}} = \frac{105,0698 - 1,2622}{104,0275}$$

- $\rho_{17,80 \text{ °C}} = 0,99788 \text{ g/cm}^3$

La table II permet de calculer $\rho_{20 \text{ °C}}$ à partir de $\rho_t \text{ °C}$ à l'aide de la relation :

$$\rho_{20 \text{ °C}} = \rho_{t \text{ °C}} \pm \frac{c}{1000}$$

Pour $t = 17,80\text{ °C}$ et pour un titre alcoométrique de 11% vol., on trouve $c = 0,54$:

$$\rho_{20\text{ °C}} = 0,99788 - \frac{0,54}{1000}$$

$$\rho_{20\text{ °C}} = 0,99734\text{ g/cm}^3$$

$$d_{20\text{ °C}}^{20\text{ °C}} = \frac{0,99734}{0,998203} = 0,99913$$

A.7.2. Pycnomètre sur balance monoplateau

A/ Établissement des constantes du pycnomètre

1. Pesée du pycnomètre propre et sec :

- $P = 67,7913\text{ g}$

2. Pesée du pycnomètre plein d'eau à la température $t\text{ °C}$:

- $P_1 = 169,2715\text{ g}$ at $21,65\text{ °C}$

3. Calcul de la masse d'air contenue dans le pycnomètre :

- $m = 0,0012 (P_1 - P)$
- $m = 0,0012 \times 101,4802$
- $m = 0,1218\text{ g}$

4. Caractéristique à retenir :

- Tare du pycnomètre vide : $P - m$

- $P - m = 67,7913 - 0,1218$
- $P - m = 67,6695 \text{ g}$
- Volume à 20 °C = $[P_1 - (P - m)] \times F_{t \text{ °C}}$
- $F_{21,65 \text{ °C}} = 1,002140$
- $V_{20 \text{ °C}} = (169,2715 - 67,6695) \times 1,002140$
- $V_{20 \text{ °C}} = 101,8194 \text{ ml}$
- Masse en eau à 20 °C = $V_{20 \text{ °C}} \times 0,998203$
- $M_{20 \text{ °C}} = 101,6364 \text{ g}$
- Masse du flacon tare : T
- $T = 171,9160 \text{ g}$

B/ Détermination de la masse volumique à 20 °C et de la densité 20 °C/20 °C d'un vin sec :

- $T_1 = 171,9178$
- $dT = 171,9178 - 171,9160 = +0,0018 \text{ g}$
- $P - m + dT = 67,6695 + 0,0018 = 67,6713 \text{ g}$
- $P_2 = 169,2799 \text{ à } 18 \text{ °C}$

$$\rho^{18 \text{ °C}} = \frac{169,2799 - 67,6713}{101,8194}$$

$$\rho^{18 \text{ °C}} = 0,99793 \text{ g/cm}^3$$

La Table II permet de calculer $\rho_{20 \text{ °C}}$ à partir de $\rho_{t \text{ °C}}$ à l'aide de la relation :

$$\rho_{20 \text{ °C}} = \rho_{t \text{ °C}} \pm \frac{c}{1000}$$

Pour $t = 18\text{ °C}$ et pour un titre alcoométrique de 11% vol., on trouve $c = 0,49$:

$$\rho_{20^{\circ}\text{C}} = 0,99763 - \frac{0,49}{1000}$$

$$\rho_{20^{\circ}\text{C}} = 0,99744\text{ g/cm}^3$$

$$d_{20^{\circ}\text{C}}^{20^{\circ}\text{C}} = \frac{0,99734}{0,998203} = 0,99913$$

Masse volumique à 20 °C et densité relative à 20 °C mesurées par densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion (Méthode de type I)

B.1. Principe

La masse volumique du vin ou du moût 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 liée à la période d'oscillation par la formule suivante :

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

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 pour 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 inclure celles des vins ou des moûts à mesurer. Un écart de masse volumique entre les fluides de référence supérieur à $0,01000 \text{ g/cm}^3$ est recommandé.

Les fluides de référence pour la mesure de la masse volumique des vins ou des moûts par densimètre électronique, sont :

- L'air sec (non pollué),
- -Eau pour usage analytique (norme ISO 3696) qualité II ou pureté équivalente,
- Des solutions hydroalcooliques, des vins ou des moûts de masse volumique déterminée par une méthode différente de type I dont l'incertitude ne dépasse pas $0,00005 \text{ g/cm}^3$ à la température de $20,00 \pm 0,05 \text{ °C}$,
- Des solutions raccordées au système international de viscosité inférieure à $2 \text{ mm}^2/\text{s}$ dont l'incertitude ne dépasse pas $0,00005 \text{ g/cm}^3$ à la température de $20,00 \pm 0,05 \text{ °C}$.

B.2.2. Produits de nettoyage et de séchage

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

- Détergents, acides, etc.
- 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 un contrôleur de température,
- Un système de mise en oscillation du tube et de mesure de la période d'oscillation,
- Un afficheur numérique et éventuellement un calculateur.
- Seringue d'injection d'échantillons, échantillonneur automatique ou autre système équivalent

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

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

Le tube de mesure est situé dans un dispositif thermostaté. La variation de la température doit être inférieure à $\pm 0,02$ °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 titre alcoométrique volumique (TAV) 10 % vol. est de $0,98471 \text{ g/cm}^3$ à 20 °C et de $0,98447 \text{ g/cm}^3$ à 21°C, soit un écart de $0,00024 \text{ g/cm}^3$.

La température d'essai est de 20 °C. La mesure de la température dans la cellule est réalisée avec un thermomètre d'une résolution de moins de 0,01°C et raccordé aux étalons nationaux. Il convient de 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 cette étalonnage est effectuée 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, on mesure la masse volumique des 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 dont la masse volumique est comparable à celle des échantillons 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

Avant de procéder à la mesure, si nécessaire, nettoyer et sécher la cellule à l'acétone ou à l'alcool absolu et à l'air sec. Rincer la cellule avec l'échantillon.

Injecter l'échantillon dans la cellule (à l'aide d'une seringue, d'un échantillonneur automatique ou autre système équivalent) de sorte que celle-ci soit remplie entièrement. Lors du remplissage, veiller à l'élimination complète des bulles d'air. L'échantillon doit être homogène et ne contenir aucune particule solide. Le cas échéant, éliminer toute matière en suspension par filtration avant l'analyse.

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).

L'opérateur s'assure de la stabilité de la température de la cellule de mesure.

Une fois la lecture stabilisée, enregistrer la masse volumique $\rho_{20^{\circ}\text{C}}$.

Si l'appareil ne donne que la période, on calcule la masse volumique grâce aux

constantes A et B (voir la notice de l'appareil ou Annexe I de la méthode OIV-MA-AS312-01A).

B.5. Expression des résultats

La masse volumique est exprimée en g/cm^3 avec 5 décimales

B.6. Paramètres de fidélité

Les paramètres de fidélité sont détaillés au tableau 4 de l'annexe II.

Répétabilité : $r = 0.00011 \text{ g/cm}^3$

Reproductibilité : $R = 0,00025 \text{ g/cm}^3$

Masse volumique à 20 °C et densité relative à 20 °C mesurées par la balance hydrostatique (Méthode de type I)

C.1. Principe

La masse volumique des vins ou des moûts peut être mesurée par densimétrie avec une 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 de laboratoire courant, 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 $\pm 0,06$ °C près.

C.3.5. Masses étalonnées 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 lorsque l'appareil est stabilisé afin de minimiser les pertes d'alcool par évaporation.

C.4.1. Etalonnage des appareils

C.4.1.1. Etalonnage 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. Etalonnage 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 de masse volumique connue

Remplir l'éprouvette cylindrique jusqu'au repère avec une solution de masse volumique connue, 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 ; noter la masse volumique et la température si la masse

volumique est mesurée à t °C (ρ_t)

Si nécessaire, corriger ρ à l'aide de la table des masses volumiques ρ_t des mélanges hydroalcooliques (table II de l'annexe I).

La masse volumique ainsi établie doit être identique à celle qui est connue.

Remarque : cette solution de masse volumique connue peut également remplacer l'eau pour l'étalonnage du flotteur.

C.4.2. Détermination de la masse volumique :

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. 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 volumiques ρ_t des mélanges hydroalcooliques (table II de l'annexe I).

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. Expression des résultats

La masse volumique est exprimée en g/cm^3 avec 5 décimales

C.6. Paramètres de fidélité

Les paramètres de fidélité sont détaillés au tableau 4 de l'annexe II.

$$r = 0.00025 \text{ g}/\text{cm}^3$$

$$R = 0,00067 \text{ g}/\text{cm}^3$$

Masse volumique par aréométrie (méthode de type IV)

D.1. Principe

La masse volumique et la densité relative à 20 °C sont déterminées sur l'échantillon pour essai par aréométrie en utilisant le principe de la poussée d'Archimède. Un cylindre lesté muni d'une tige graduée s'enfonce plus ou moins dans l'échantillon liquide 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. Appareillage

D.2.1. Aréomètre

Les aréomètres doivent répondre aux prescriptions de l'ISO en ce qui concerne leurs dimensions et leurs graduations.

Ils doivent avoir une carène cylindrique, une tige de section circulaire de 3 mm de diamètre au moins. Pour les vins secs, ils doivent être gradués en g/cm³ de 0,983 à 1,003 par millième et cinquième de millième. Chaque millième doit être séparé par 5 mm au moins du millième suivant. Pour la mesure de la densité des vins désalcoolisés, des vins de liqueur et des moûts, il sera fait usage d'un jeu de cinq aréomètres gradués en g/cm³ de 1,000 1,030 ; 1,030 1,060 ; 1,060 1,090 ; 1,090 1,120 ; 1,120 1,150. Ces appareils seront gradués en masses volumiques à 20 °C par millième et demi-millième au moins, chaque millième étant séparé par 3 mm au moins du millième suivant.

Ces aréomètres doivent être gradués de manière à être lus au « sommet du ménisque ». L'indication de la graduation en masse volumique à 20 °C ou en densité relative à 20 °C et de la lecture au niveau du sommet du ménisque sera portée soit sur l'échelle graduée, soit sur une bande de papier incluse dans la carène.

Ces appareils doivent être raccordés au Système International d'Unités.

D.2.2. Thermomètre raccordé au Système International d'Unités gradué par demi-degré Celsius au moins.

D.2.3. Éprouvette cylindrique dont les dimensions permettent l'immersion du thermomètre et de l'aréomètre sans contact avec les parois, tenue verticalement.

D.3. Technique d'une mesure

Dans l'éprouvette D.2.3, placer 250 ml d'échantillon préparé pour essais (4), introduire l'aréomètre et le thermomètre. Lire le thermomètre une minute après avoir agité pour réaliser l'équilibre de température. Retirer le thermomètre et lire la masse volumique apparente à t °C sur la tige de l'aréomètre après une minute de repos.

Corriger la masse volumique apparente lue à t °C de l'action de la température à l'aide de tables de l'annexe I qui s'appliquent aux cas des vins secs (table V), des moûts naturels et concentrés (table VI) et des vins de liqueur (table VII).

D.4. Expression des résultats

La masse volumique est exprimée en g/cm^3 avec 4 décimales.

ANNEXE I

Tables

Table I

Facteurs F

par lesquels il faut multiplier la masse de l'eau contenue dans le *pycnomètre en pyrex* à t °C pour calculer le volume du pycnomètre à 20 °C.

t °C	F	t °C	F	t °C	F	t °C	F	t °C	F	t °C	F	t °C	F
10,0	1,000398	13,0	1,000691	16,0	1,001097	19,0	1,001608	22,0	1,002215	25,0	1,002916	28,0	1,003704
,1	1,000406	,1	1,000703	,1	1,001113	,1	1,001627	,1	1,002238	,1	1,002941	,1	1,003731
,2	1,000414	,2	1,000714	,2	1,001128	,2	1,001646	,2	1,002260	,2	1,002966	,2	1,003759
,3	1,000422	,3	1,000726	,3	1,001144	,3	1,001665	,3	1,002282	,3	1,002990	,3	1,003797
,4	1,000430	,4	1,000738	,4	1,001159	,4	1,001684	,4	1,002304	,4	1,003015	,4	1,003815
10,5	1,000439	13,5	1,000752	16,5	1,001175	19,5	1,001703	22,5	1,002326	25,5	1,003041	28,5	1,003843
,6	1,000447	,6	1,000764	,6	1,001191	,6	1,001722	,6	1,002349	,6	1,003066	,6	1,003871

,7	1,000456	,7	1,000777	,7	1,001207	,7	1,001741	,7	1,002372	3	1,003092	,7	1,003899
,8	1,000465	,8	1,000789	,8	1,001223	,8	1,001761	,8	1,002394	,8	1,003117	,8	1,003928
,9	1,000474	,9	1,000803	,9	1,001239	9	1,001780	,9	1,002417	,9	1,003143	,9	1,003956
11,0	1,000483	14,0	1,000816	17,0	1,001257	20,0	1,001800	23,0	1,002439	26,0	1,003168	29,0	1,003984
,1	1,000492	,1	1,000829	,1	1,001273	,1	1,001819	,1	1,002462	,1	1,003194	,1	1,004013
,2	1,000501	,2	1,000842	,2	1,001286	,2	1,001839	,2	1,002485	1	1,003222	2	1,004042
3	1,000511	3	1,000855	3	1,001306	,3	1,001959	,3	1,002508	,3	1,003247	,3	1,004071
,4	1,000520	,4	1,000868	,4	1,001323	,4	1,001880	,4	1,002531	,4	1,003273	,4	1,004099
11,5	1,000530	14,5	1,000882	17,5	1,001340	20,5	1,001900	23,5	1,002555	26,5	1,003299	29,5	1,004128
,6	1,000540	,6	1,000895	,6	1,001357	,6	1,001920	,6	1,002578	,6	1,003326	,6	1,004158
,7	1,000550	,7	1,000909	,7	1,001374	,7	1,001941	3	1,002602	,7	1,003352	,7	1,004187
,8	1,000560	,8	1,000923	,8	1,001391	,8	1,001961	,8	1,002625	,8	1,003379	,8	1,004216
,9	1,000570	,9	1,000937	,9	1,001409	,9	1,001982	,9	1,002649	,9	1,003405	,9	1,004245
12,0	1,000580	15,0	1,000951	18,0	1,001427	21,0	1,002002	24,0	1,002672	27,0	1,003432	30,0	1,004275
,1	1,000591	,1	1,000965	,1	1,001445	,1	1,002023	,1	1,002696	,1	1,003459		
,2	1,000601	,2	1,000979	,2	1,001462	,2	1,002044	,2	1,002720	,2	1,003485		
,3	1,000612	,3	1,000993	,3	1,001480	,3	1,002065	,3	1,002745	,3	1,003513		
,4	1,000623	,4	1,001008	,4	1,001498	,4	1,002086	,4	1,002769	,4	1,003540		
12,5	1,000634	15,5	1,001022	18,5	1,001516	21,5	1,002107	24,5	1,002793	27,5	1,003567		
,6	1,000645	,6	1,001037	,6	1,001534	,6	1,002129	,6	1,002817	,6	1,003594		
,7	1,000656	,7	1,001052	,7	1,001552	,7	1,002151	,7	1,002842	,7	1,003621		
,8	1,000668	,8	1,001067	,8	1,001570	,8	1,002172	,8	1,002866	,8	1,003649		
,9	1,000679	,9	1,001082	,9	1,001589	,9	1,002194	,9	1,002891	,9	1,003676		

OIV-MA-AS2-01A R2012 22

RECUEIL INTERNATIONAL DES METHODES D'ANALYSES – OIV Masse volumique et densité relative à 20 °C – Méthodes Type I

Table II

Corrections c de température sur la masse volumique des vins secs et des vins désalcoolisés,

mesurée dans un pycnomètre en *verre pyrex*, à t °C, pour la ramener à 20 °C,

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000}$$

□ si t °C est inférieure à 20 °C

+ si t °C est supérieure à 20 °C

	Titres alcoométriques																										
	0	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27			

Températures en °C	10	1,59	1,64	1,67	1,71	1,77	1,84	1,91	2,01	2,11	2,22	2,34	2,46	2,60	2,73	2,88	3,03	3,19	3,35	3,52	3,70	3,87	4,06	4,25	4,44
	11	1,48	1,53	1,56	1,60	1,64	1,70	1,77	1,86	1,95	2,05	2,16	2,27	2,38	2,51	2,63	2,77	2,91	3,06	3,21	3,36	3,53	3,69	3,86	4,03
	12	1,36	1,40	1,43	1,46	1,50	1,56	1,62	1,69	1,78	1,86	1,96	2,05	2,16	2,27	2,38	2,50	2,62	2,75	2,88	3,02	3,16	3,31	3,46	3,61
	13	1,22	1,26	1,28	1,32	1,35	1,40	1,45	1,52	1,59	1,67	1,75	1,83	1,92	2,01	2,11	2,22	2,32	2,44	2,55	2,67	2,79	2,92	3,05	3,18
	14	1,08	1,11	1,13	1,16	1,19	1,23	1,27	1,33	1,39	1,46	1,52	1,60	1,67	1,75	1,94	1,93	2,03	2,11	2,21	2,31	2,42	2,52	2,63	2,74
	15	0,92	0,96	0,97	0,99	1,02	1,05	1,09	1,13	1,19	1,24	1,30	1,36	1,42	1,48	1,55	1,63	1,70	1,78	1,86	1,95	2,03	2,12	2,21	2,30
	16	0,76	0,79	0,80	0,81	0,94	0,86	0,89	0,93	0,97	1,01	1,06	1,10	1,16	1,21	1,26	1,32	1,38	1,44	1,51	1,57	1,64	1,71	1,78	1,85
	17	0,59	0,61	0,62	0,63	0,65	0,67	0,69	0,72	0,75	0,78	0,81	0,85	0,88	0,95	0,96	1,01	1,05	1,11	1,15	1,20	1,25	1,30	1,35	1,40
	18	0,40	0,42	0,42	0,43	0,44	0,46	0,47	0,49	0,51	0,53	0,55	0,57	0,60	0,63	0,65	0,68	0,71	0,74	0,77	0,81	0,84	0,87	0,91	0,94
	19	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,33	0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,42	0,44	0,46	0,47
	20																								
	21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,31	0,32	0,34	0,36	0,37	0,38	0,40	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48
	22	0,44	0,45	0,46	0,47	0,48	0,49	0,51	0,52	0,54	0,56	0,59	0,61	0,63	0,66	0,69	0,71	0,74	0,77	0,80	0,83	0,87	0,90	0,93	0,97
	23	0,68	0,70	0,71	0,72	0,74	0,76	0,78	0,80	0,83	0,86	0,90	0,93	0,96	1,00	1,03	1,08	1,13	1,17	1,22	1,26	1,31	1,37	1,41	1,46
	24	0,93	0,96	0,97	0,99	1,01	1,03	1,06	1,10	1,13	1,18	1,22	1,26	1,31	1,36	1,41	1,47	1,52	1,58	1,64	1,71	1,77	1,84	1,90	1,97
	25	1,19	1,23	1,25	1,27	1,29	1,32	1,36	1,40	1,45	1,50	1,55	1,61	1,67	1,73	1,80	1,86	1,93	2,00	2,08	2,16	2,24	2,32	2,40	2,48
	26	1,47	1,51	1,53	1,56	1,59	1,62	1,67	1,72	1,77	1,83	1,90	1,96	2,03	2,11	2,19	2,27	2,35	2,44	2,53	2,62	2,72	2,81	2,91	3,01
	27	1,75	1,80	1,82	1,85	1,89	1,93	1,98	2,04	2,11	2,18	2,25	2,33	2,41	2,50	2,59	2,68	2,78	2,88	2,98	3,09	3,20	3,31	3,42	3,53
	28	2,04	2,10	2,13	2,16	2,20	2,25	2,31	2,38	2,45	2,53	2,62	2,70	2,80	2,89	3,00	3,10	3,21	3,32	3,45	3,57	3,69	3,82	3,94	4,07
	29	2,34	2,41	2,44	2,48	2,53	2,58	2,65	2,72	2,81	2,89	2,99	3,09	3,19	3,30	3,42	3,53	3,65	3,78	3,92	4,05	4,19	4,33	4,47	4,61
	30	2,66	2,73	2,77	2,81	2,86	2,92	3,00	3,08	3,17	3,27	3,37	3,48	3,59	3,72	3,84	3,97	4,11	4,25	4,40	4,55	4,70	4,85	4,92	5,17

Note : cette table peut être utilisée pour transformer la densité d_{20}^t en d_{20}^{20}

TABLE III

Corrections c de température sur la masse volumique des moûts naturels et des moûts concentrés

mesurée à l'aide d'un pycnomètre en *verre pyrex*, à t °C, pour la ramener à 20 °C,

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000}$$

□ si t °C est inférieure à 20 °C

+ si t °C est supérieure à 20 °C

	Masses volumiques																					
	1,05	1,06	1,07	1,08	1,09	1,10	1,11	1,12	1,13	1,14	1,15	1,16	1,18	1,20	1,22	1,24	1,26	1,28	1,30	1,32	1,34	1,36

Températures en °C	10	2,31	2,48	2,66	2,82	2,99	3,13	3,30	3,44	3,59	3,73	3,88	4,01	4,28	4,52	4,76	4,98	5,18	5,42	5,56	5,73	5,90	6,05
	11	2,12	2,28	2,42	2,57	2,72	2,86	2,99	3,12	3,25	3,37	3,50	3,62	3,85	4,08	4,29	4,48	4,67	4,84	5,00	5,16	5,31	5,45
	12	1,92	2,06	2,19	2,32	2,45	2,58	2,70	2,92	2,94	3,04	3,15	3,26	3,47	3,67	3,85	4,03	4,20	4,36	4,51	4,65	4,78	4,91
	13	1,72	1,84	1,95	2,06	2,17	2,27	2,38	2,48	2,58	2,69	2,78	2,89	3,05	3,22	3,39	3,55	3,65	3,84	3,98	4,11	4,24	4,36
	14	1,52	1,62	1,72	1,81	1,90	2,00	2,09	2,17	2,26	2,34	2,43	2,51	2,66	2,82	2,96	3,09	3,22	3,34	3,45	3,56	3,67	3,76
	15	1,28	1,36	1,44	1,52	1,60	1,67	1,75	1,82	1,89	1,96	2,04	2,11	2,24	2,36	2,48	2,59	2,69	2,79	2,88	2,97	3,03	3,10
	16	1,05	1,12	1,18	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,55	1,60	1,66	1,71	1,81	1,90	2,00	2,08	2,16	2,24	2,30	2,37	2,43	2,49
	17	0,80	0,86	0,90	0,95	1,00	1,04	1,09	1,13	1,18	1,22	1,26	1,30	1,37	1,44	1,51	1,57	1,62	1,68	1,72	1,76	1,80	1,84
	18	0,56	0,59	0,62	0,66	0,68	0,72	0,75	0,77	0,80	0,83	0,85	0,88	0,93	0,98	1,02	1,05	1,09	1,12	1,16	1,19	1,21	1,24
	19	0,29	0,31	0,32	0,34	0,36	0,37	0,39	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,57	0,59	0,60	0,61	0,62
	20																						
	21	0,29	0,30	0,32	0,34	0,35	0,37	0,38	0,40	0,41	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,53	0,56	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,62
	22	0,58	0,61	0,64	0,67	0,70	0,73	0,76	0,79	0,81	0,84	0,87	0,90	0,96	1,03	1,05	1,09	1,12	1,15	1,18	1,20	1,22	1,23
	23	0,89	0,94	0,99	1,03	1,08	1,12	1,16	1,20	1,25	1,29	1,33	1,37	1,44	1,51	1,57	1,63	1,67	1,73	1,77	1,80	1,82	1,94
	24	1,20	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,54	1,60	1,66	1,71	1,77	1,82	1,92	2,01	2,10	2,17	2,24	2,30	2,36	2,40	2,42	2,44
	25	1,51	1,59	1,66	1,74	1,81	1,88	1,95	2,02	2,09	2,16	2,23	2,30	2,42	2,53	2,63	2,72	2,82	2,89	2,95	2,99	3,01	3,05
	26	1,84	1,92	2,01	2,10	2,18	2,26	2,34	2,42	2,50	2,58	2,65	2,73	2,87	3,00	3,13	3,25	3,36	3,47	3,57	3,65	3,72	3,79
	27	2,17	2,26	2,36	2,46	2,56	2,66	2,75	2,84	2,93	3,01	3,10	3,18	3,35	3,50	3,66	3,80	3,93	4,06	4,16	4,26	4,35	4,42
	28	2,50	2,62	2,74	2,85	2,96	3,07	3,18	3,28	3,40	3,50	3,60	3,69	3,87	4,04	4,21	4,36	4,50	4,64	4,75	4,86	4,94	5,00
	29	2,86	2,98	3,10	3,22	3,35	3,47	3,59	3,70	3,82	3,93	4,03	4,14	4,34	4,53	4,72	4,89	5,05	5,20	5,34	5,46	5,56	5,64
	30	3,20	3,35	3,49	3,64	3,77	3,91	4,05	4,17	4,30	4,43	4,55	4,67	4,90	5,12	5,39	5,51	5,68	5,94	5,96	6,09	6,16	6,22

Note : cette table peut être utilisée pour transformer la densité d_{20}^t en d_{20}^{20}

Table IV

Corrections c de température sur la masse volumique des vins de liqueur

mesurée à l'aide d'un pycnomètre en *verre pyrex*, à t °C, pour la ramener à 20 °C,

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000}$$

□ si t °C est inférieure à 20 °C

+ si t °C est supérieure à 20 °C

Vins de 13% vol,								Vins de 15% vol,								Vins de 17% vol,							
Masses volumiques								Masses volumiques								Masses volumiques							
1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120		1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120		1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	

Températures en °C	10	2,36	2,71	3,06	3,42	3,72	3,96	4,32	2,64	2,99	3,36	3,68	3,99	4,30	4,59	2,94	3,29	3,64	3,98	4,29	4,60	4,89
	11	2,17	2,49	2,80	2,99	3,39	3,65	3,90	2,42	2,73	3,05	3,34	3,63	3,89	4,15	2,69	3,00	3,32	3,61	3,90	4,16	4,41
	12	1,97	2,25	2,53	2,79	3,05	3,29	3,52	2,19	2,47	2,75	3,01	3,27	3,51	3,73	2,42	2,70	2,98	3,24	3,50	3,74	3,96
	13	1,78	2,02	2,25	2,47	2,69	2,89	3,09	1,97	2,21	2,44	2,66	2,87	3,08	3,29	2,18	2,42	2,64	2,87	3,08	3,29	3,49
	14	1,57	1,78	1,98	2,16	2,35	2,53	2,70	1,74	1,94	2,14	2,32	2,52	2,69	2,86	1,91	2,11	2,31	2,50	2,69	2,86	3,03
	15	1,32	1,49	1,66	1,82	1,97	2,12	2,26	1,46	1,63	1,79	1,95	2,10	2,25	2,39	1,60	1,77	1,93	2,09	2,24	2,39	2,53
	16	1,08	1,22	1,36	1,48	1,61	1,73	1,84	1,18	1,32	1,46	1,59	1,71	1,83	1,94	1,30	1,44	1,58	1,71	1,83	1,95	2,06
	17	0,83	0,94	1,04	1,13	1,22	1,31	1,40	0,91	1,02	1,12	1,21	1,30	1,39	1,48	1,00	1,10	1,20	1,30	1,39	1,48	1,56
	18	0,58	0,64	0,71	0,78	0,84	0,89	0,95	0,63	0,69	0,76	0,83	0,89	0,94	1,00	0,69	0,75	0,82	0,89	0,95	1,00	1,06
	19	0,30	0,34	0,37	0,40	0,43	0,46	0,49	0,33	0,37	0,40	0,43	0,46	0,49	0,52	0,36	0,39	0,42	0,46	0,49	0,52	0,54
	20																					
	21	0,30	0,33	0,36	0,40	0,43	0,46	0,49	0,33	0,36	0,39	0,43	0,46	0,49	0,51	0,35	0,39	0,42	0,45	0,48	0,51	0,54
	22	0,60	0,67	0,73	0,80	0,85	0,91	0,98	0,65	0,72	0,78	0,84	0,90	0,96	1,01	0,71	0,78	0,84	0,90	0,96	1,01	1,07
	23	0,93	1,02	1,12	1,22	1,30	1,39	1,49	1,01	1,10	1,20	1,29	1,38	1,46	1,55	1,10	1,19	1,29	1,38	1,46	1,55	1,63
	24	1,27	1,39	1,50	1,61	1,74	1,84	1,95	1,37	1,49	1,59	1,72	1,84	1,95	2,06	1,48	1,60	1,71	1,83	1,95	2,06	2,17
	25	1,61	1,75	1,90	2,05	2,19	2,33	2,47	1,73	1,87	2,02	2,17	2,31	2,45	2,59	1,87	2,01	2,16	2,31	2,45	2,59	2,73
	26	1,94	2,12	2,29	2,47	2,63	2,79	2,95	2,09	2,27	2,44	2,62	2,78	2,94	3,10	2,26	2,44	2,61	2,79	2,95	3,11	3,26
	27	2,30	2,51	2,70	2,90	3,09	3,27	3,44	2,48	2,68	2,87	3,07	3,27	3,45	3,62	2,67	2,88	3,07	3,27	3,46	3,64	3,81
	28	2,66	2,90	3,13	3,35	3,57	3,86	4,00	2,86	3,10	3,23	3,55	3,77	3,99	4,20	3,08	3,31	3,55	3,76	3,99	4,21	4,41
	29	3,05	3,31	3,56	3,79	4,04	4,27	4,49	3,28	3,53	3,77	4,02	4,26	4,49	4,71	3,52	3,77	4,01	4,26	4,50	4,73	4,95
	30	3,44	3,70	3,99	4,28	4,54	4,80	5,06	3,68	3,94	4,23	4,52	4,79	5,05	5,30	3,95	4,22	4,51	4,79	5,07	5,32	5,57

Table IV (suite)

Corrections c de température sur la masse volumique des vins de liqueur

mesurée à l'aide d'un pycnomètre en *verre pyrex*, à t °C, pour la ramener à 20 °C,

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000}$$

□ si t °C est inférieure à 20 °C

+ si t °C est supérieure à 20 °C

	Vins de 19% vol,							Vins de 21% vol,						
	Masses volumiques							Masses volumiques						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,000	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120

Températures en °C	10	3,27	3,62	3,97	4,30	4,62	4,92	5,21	3,62	3,97	4,32	4,66	4,97	5,27	5,56
	11	2,99	3,30	3,61	3,90	4,19	4,45	4,70	3,28	3,61	3,92	4,22	4,50	4,76	5,01
	12	2,68	2,96	3,24	3,50	3,76	4,00	4,21	2,96	3,24	3,52	3,78	4,03	4,27	4,49
	13	2,68	2,96	3,24	3,50	3,76	4,00	4,21	2,96	3,24	3,52	3,78	4,03	4,27	4,49
	14	2,11	2,31	2,51	2,69	2,88	3,05	3,22	2,31	2,51	2,71	2,89	3,08	3,25	3,43
	15	1,76	1,93	2,09	2,25	2,40	2,55	2,69	1,93	2,10	2,26	2,42	2,57	2,72	2,86
	16	1,43	1,57	1,70	1,83	1,95	2,08	2,18	1,56	1,70	1,84	1,97	2,09	2,21	2,32
	17	1,09	1,20	1,30	1,39	1,48	1,57	1,65	1,20	1,31	1,41	1,50	1,59	1,68	1,77
	18	0,76	0,82	0,88	0,95	1,01	1,06	1,12	0,82	0,88	0,95	1,01	1,08	1,13	1,18
	19	0,39	0,42	0,45	0,49	0,52	0,55	0,57	0,42	0,46	0,49	0,52	0,55	0,58	0,61
	20														
	21	0,38	0,42	0,45	0,48	0,51	0,54	0,57	0,41	0,45	0,48	0,51	0,54	0,57	0,60
	22	0,78	0,84	0,90	0,96	1,02	1,07	1,13	0,84	0,90	0,96	1,02	1,08	1,14	1,19
	23	1,19	1,28	1,38	1,47	1,55	1,64	1,72	1,29	1,39	1,48	1,57	1,65	1,74	1,82
	24	1,60	1,72	1,83	1,95	2,06	2,18	2,29	1,73	1,85	1,96	2,08	2,19	2,31	2,42
	25	2,02	2,16	2,31	2,46	2,60	2,74	2,88	2,18	2,32	2,47	2,62	2,76	2,90	3,04
	26	2,44	2,62	2,79	2,96	3,12	3,28	3,43	2,53	2,81	2,97	3,15	3,31	3,47	3,62
	27	2,88	3,08	3,27	3,42	3,66	3,84	4,01	3,10	3,30	3,47	3,69	3,88	4,06	4,23
	28	3,31	3,54	3,78	4,00	4,22	4,44	4,64	3,56	3,79	4,03	4,25	4,47	4,69	4,89
	29	3,78	4,03	4,27	4,52	4,76	4,99	5,21	4,06	4,31	4,55	4,80	5,04	5,27	5,48
	30	4,24	4,51	4,80	5,08	5,36	5,61	5,86	4,54	4,82	5,11	5,39	5,66	5,91	6,16

Table V

Corrections c de température sur la masse volumique des vins secs et des vins secs désalcoolisés

mesurée à l'aide d'un pycnomètre ou d'un aréomètre en verre ordinaire, à t °C, pour la ramener à 20°C,

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000}$$

□ si $t^{\circ}\text{C}$ est inférieure à 20°C

+ si $t^{\circ}\text{C}$ est supérieure à 20°C

		Titres alcoométriques																										
		0	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27			
Températures en °C	10	1,45	1,51	1,55	1,58	1,64	1,76	1,78	1,89	1,98	2,09	2,21	2,34	2,47	2,60	2,75	2,93	3,06	3,22	3,39	3,57	3,75	3,93	4,12	4,31			
	11	1,35	1,40	1,43	1,47	1,52	1,58	1,65	1,73	1,83	1,93	2,03	2,15	2,26	2,38	2,51	2,65	2,78	2,93	3,08	3,24	3,40	3,57	3,73	3,90			
	12	1,24	1,28	1,31	1,34	1,39	1,44	1,50	1,58	1,66	1,75	1,84	1,94	2,04	2,15	2,26	2,38	2,51	2,63	2,77	2,91	3,05	3,19	3,34	3,49			
	13	1,12	1,16	1,18	1,21	1,25	1,30	1,35	1,42	1,49	1,56	1,64	1,73	1,82	1,91	2,01	2,11	2,22	2,33	2,45	2,57	2,69	2,81	2,95	3,07			
	14	0,99	1,03	1,05	1,07	1,11	1,14	1,19	1,24	1,31	1,37	1,44	1,52	1,59	1,67	1,75	1,84	1,93	2,03	2,13	2,23	2,33	2,44	2,55	2,66			
	15	0,86	0,89	0,90	0,92	0,95	0,98	1,02	1,07	1,12	1,17	1,23	1,29	1,35	1,42	1,49	1,56	1,63	1,71	1,80	1,88	1,96	2,05	2,14	2,23			
	16	0,71	0,73	0,74	0,76	0,78	0,81	0,84	0,87	0,91	0,95	0,99	1,05	1,10	1,15	1,21	1,27	1,33	1,39	1,45	1,52	1,59	1,66	1,73	1,80			
	17	0,55	0,57	0,57	0,59	0,60	0,62	0,65	0,67	0,70	0,74	0,77	0,81	0,84	0,88	0,92	0,96	1,01	1,05	1,10	1,15	1,20	1,26	1,31	1,36			
	18	0,38	0,39	0,39	0,40	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48	0,50	0,52	0,55	0,57	0,60	0,62	0,65	0,68	0,71	0,74	0,78	0,81	0,85	0,88	0,91			
	19	0,19	0,20	0,20	0,21	0,21	0,22	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,33	0,34	0,36	0,38	0,39	0,41	0,43	0,44	0,46			
	20																											
	21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,25	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,31	0,32	0,34	0,35	0,36	0,38	0,39	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48			
	22	0,43	0,45	0,45	0,46	0,47	0,49	0,50	0,52	0,54	0,56	0,58	0,60	0,62	0,65	0,68	0,71	0,73	0,77	0,80	0,83	0,86	0,89	0,93	0,96			
	23	0,67	0,69	0,70	0,71	0,72	0,74	0,77	0,79	0,82	0,85	0,88	0,91	0,95	0,99	1,03	1,07	1,12	1,16	1,21	1,25	1,30	1,35	1,40	1,45			
	24	0,91	0,93	0,95	0,97	0,99	1,01	1,04	1,07	1,11	1,15	1,20	1,24	1,29	1,34	1,39	1,45	1,50	1,56	1,62	1,69	1,76	1,82	1,88	1,95			
	25	1,16	1,19	1,21	1,23	1,26	1,29	1,33	1,37	1,42	1,47	1,52	1,57	1,63	1,70	1,76	1,83	1,90	1,97	2,05	2,13	2,21	2,29	2,37	2,45			
	26	1,42	1,46	1,49	1,51	1,54	1,58	1,62	1,67	1,73	1,79	1,85	1,92	1,99	2,07	2,14	2,22	2,31	2,40	2,49	2,58	2,67	2,77	2,86	2,96			
	27	1,69	1,74	1,77	1,80	1,83	1,88	1,93	1,98	2,05	2,12	2,20	2,27	2,35	2,44	2,53	2,63	2,72	2,82	2,93	3,04	3,14	3,25	3,37	3,48			
	28	1,97	2,03	2,06	2,09	2,14	2,19	2,24	2,31	2,38	2,46	2,55	2,63	2,73	2,83	2,93	3,03	3,14	3,26	3,38	3,50	3,62	3,75	3,85	4,00			
	29	2,26	2,33	2,37	2,41	2,45	2,50	2,57	2,64	2,73	2,82	2,91	2,99	3,11	3,22	3,34	3,46	3,58	3,70	3,84	3,97	4,11	4,25	4,39	4,54			
	30	2,56	2,64	2,67	2,72	2,77	2,83	2,90	2,98	3,08	3,18	3,28	3,38	3,50	3,62	3,75	3,88	4,02	4,16	4,30	4,46	4,61	4,76	4,92	5,07			

Note : cette table peut être utilisée pour transformer la densité d_{20}^t to d_{20}^{20}

Table VI

Corrections c de température sur la masse volumique des moûts concentrés mesurée à l'aide d'un pycnomètre ou d'un aréomètre en *verre ordinaire*, à $t^{\circ}\text{C}$, pour la ramener à 20°C ,

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000}$$

□ si $t^{\circ}\text{C}$ est inférieure à 20°C

+ si $t^{\circ}\text{C}$ est supérieure à 20°C

				Masses volumiques																							
				1,05	1,06	1,07	1,08	1,09	1,10	1,11	1,12	1,13	1,14	1,15	1,16	1,18	1,20	1,22	1,24	1,26	1,28	1,30	1,32	1,34	1,36		

Température en °C	10	2,17	2,34	2,52	2,68	2,85	2,99	3,16	3,29	3,44	3,58	3,73	3,86	4,13	4,36	4,60	4,82	5,02	5,25	5,39	5,56	-5,73	5,87
	11	2,00	2,16	2,29	2,44	2,59	2,73	2,86	2,99	3,12	3,24	3,37	3,48	3,71	3,94	4,15	4,33	4,52	4,69	4,85	5,01	5,15	5,29
	12	1,81	1,95	2,08	2,21	2,34	2,47	2,58	2,70	2,82	2,92	3,03	3,14	3,35	3,55	3,72	3,90	4,07	4,23	4,37	4,52	4,64	4,77
	13	1,62	1,74	1,85	1,96	2,07	2,17	2,28	2,38	2,48	2,59	2,68	2,77	2,94	3,11	3,28	3,44	3,54	3,72	3,86	3,99	4,12	4,24
	14	1,44	1,54	1,64	1,73	1,82	1,92	2,00	2,08	2,17	2,25	2,34	2,42	2,57	2,73	2,86	2,99	3,12	3,24	3,35	3,46	3,57	3,65
	15	1,21	1,29	1,37	1,45	1,53	1,60	1,68	1,75	1,82	1,89	1,97	2,03	2,16	2,28	2,40	2,51	2,61	2,71	2,80	2,89	2,94	3,01
	16	1,00	1,06	1,12	1,19	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,54	1,60	1,65	1,75	1,84	1,94	2,02	2,09	2,17	2,23	2,30	2,36	2,42
	17	0,76	0,82	0,86	0,91	0,96	1,00	1,05	1,09	1,14	1,18	1,22	1,25	1,32	1,39	1,46	1,52	1,57	1,63	1,67	1,71	1,75	1,79
	18	0,53	0,56	0,59	0,63	0,65	0,69	0,72	0,74	0,77	0,80	0,82	0,85	0,90	0,95	0,99	1,02	1,05	1,09	1,13	1,16	1,18	1,20
	19	0,28	0,30	0,31	0,33	0,35	0,36	0,38	0,39	0,41	0,42	0,43	0,43	0,46	0,48	0,50	0,52	0,54	0,55	0,57	0,58	0,59	0,60
	20																						
	21	0,28	0,29	0,31	0,33	0,34	0,36	0,37	0,39	0,40	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48	0,51	0,54	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,60
	22	0,55	0,58	0,61	0,64	0,67	0,70	0,73	0,76	0,78	0,81	0,84	0,87	0,93	0,97	1,02	1,06	1,09	1,12	1,15	1,17	1,19	1,19
	23	0,85	0,90	0,95	0,99	1,04	1,08	1,12	1,16	1,21	1,25	1,29	1,32	1,39	1,46	1,52	1,58	1,62	1,68	1,72	1,75	1,77	1,79
	24	1,15	1,19	1,25	1,31	1,37	1,43	1,48	1,54	1,60	1,65	1,71	1,76	1,86	1,95	2,04	2,11	2,17	2,23	2,29	2,33	2,35	2,37
	25	1,44	1,52	1,59	1,67	1,74	1,81	1,88	1,95	2,02	2,09	2,16	2,22	2,34	2,45	2,55	2,64	2,74	2,81	2,87	2,90	2,92	2,96
	26	1,76	1,84	1,93	2,02	2,10	2,18	2,25	2,33	2,41	2,49	2,56	2,64	2,78	2,91	3,03	3,15	3,26	3,37	3,47	3,55	3,62	3,60
	27	2,07	2,16	2,26	2,36	2,46	2,56	2,65	2,74	2,83	2,91	3,00	3,07	3,24	3,39	3,55	3,69	3,82	3,94	4,04	4,14	4,23	4,30
	28	2,39	2,51	2,63	2,74	2,85	2,96	3,06	3,16	3,28	3,38	3,48	3,57	3,75	3,92	4,08	4,23	4,37	4,51	4,62	4,73	4,80	4,86
	29	2,74	2,86	2,97	3,09	3,22	3,34	3,46	3,57	3,69	3,80	3,90	4,00	4,20	4,39	4,58	4,74	4,90	5,05	5,19	5,31	5,40	5,48
	30	3,06	3,21	3,35	3,50	3,63	3,77	3,91	4,02	4,15	4,28	4,40	4,52	4,75	4,96	5,16	5,35	5,52	5,67	5,79	5,91	5,99	6,04

Note : cette table peut être utilisée pour transformer la densité d_{20}^t en d_{20}^{20}

Table VII

Corrections c de température sur la masse volumique des vins de liqueur

mesrée à l'aide d'un aréomètre ou d'un pycnomètre en *verre ordinaire*, à t °C, pour la ramener à 20 °C,

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000}$$

□ si t °C est inférieure à 20 °C

+ si t °C est supérieure à 20 °C

	Vins de 13% volume							Vins de 15% volume							Vins de 17% volume						
	Masses volumiques							Masses volumiques							Masses volumiques						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120

Température en °C	10	2,24	2,58	2,93	3,27	3,59	3,89	4,18	2,51	2,85	3,20	3,54	3,85	4,02	4,46	2,81	3,15	3,50	3,84	4,15	4,45	4,74
	11	2,06	2,37	2,69	2,97	3,26	3,53	3,78	2,31	2,61	2,93	3,21	3,51	3,64	4,02	2,57	2,89	3,20	3,49	3,77	4,03	4,28
	12	1,87	2,14	2,42	2,67	2,94	3,17	3,40	2,09	2,36	2,64	2,90	3,16	3,27	3,61	2,32	2,60	2,87	3,13	3,39	3,63	3,84
	13	1,69	1,93	2,14	2,37	2,59	2,80	3,00	1,88	2,12	2,34	2,56	2,78	2,88	3,19	2,09	2,33	2,55	2,77	2,98	3,19	3,39
	14	1,49	1,70	1,90	2,09	2,27	2,44	2,61	1,67	1,86	2,06	2,25	2,45	2,51	2,77	1,83	2,03	2,23	2,42	2,61	2,77	2,94
	15	1,25	1,42	1,59	1,75	1,90	2,05	2,19	1,39	1,56	1,72	1,88	2,03	2,11	2,32	1,54	1,71	1,87	2,03	2,18	2,32	2,47
	16	1,03	1,17	1,30	1,43	1,55	1,67	1,78	1,06	1,27	1,40	1,53	1,65	1,77	1,88	1,25	1,39	1,52	1,65	1,77	1,89	2,00
	17	0,80	0,90	1,00	1,09	1,17	1,27	1,36	0,87	0,98	1,08	1,17	1,26	1,35	1,44	0,96	1,06	1,16	1,26	1,35	1,44	1,52
	18	0,54	0,61	0,68	0,75	0,81	0,86	0,92	0,60	0,66	0,73	0,80	0,85	0,91	0,97	0,66	0,72	0,79	0,86	0,92	0,97	1,03
	19	0,29	0,33	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,32	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,51	0,35	0,38	0,41	0,45	0,48	0,51	0,53
	20																					
	21	0,29	0,32	0,35	0,39	0,42	0,45	0,47	0,32	0,35	0,38	0,42	0,45	0,48	0,50	0,34	0,38	0,41	0,44	0,47	0,50	0,53
	22	0,57	0,64	0,70	0,76	0,82	0,88	0,93	0,63	0,69	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	0,68	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	1,04
	23	0,89	0,98	1,08	1,17	1,26	1,34	1,43	0,97	1,06	1,16	1,25	1,34	1,42	1,51	1,06	1,15	1,25	1,34	1,42	1,51	1,59
	24	1,22	1,34	1,44	1,56	1,68	1,79	1,90	1,32	1,44	1,54	1,66	1,78	1,89	2,00	1,43	1,56	1,65	1,77	1,89	2,00	2,11
	25	1,61	1,68	1,83	1,98	2,12	2,26	2,40	1,66	1,81	1,96	2,11	2,25	2,39	2,52	1,80	1,94	2,09	2,24	2,39	2,52	2,66
	26	1,87	2,05	2,22	2,40	2,56	2,71	2,87	2,02	2,20	2,37	2,54	2,70	2,85	3,01	2,18	2,36	2,53	2,71	2,86	3,02	3,17
	27	2,21	2,42	2,60	2,80	3,00	3,18	3,35	2,39	2,59	2,78	2,98	3,17	3,35	3,52	2,58	2,78	2,97	3,17	3,36	3,54	3,71
	28	2,56	2,80	3,02	3,25	3,47	3,67	3,89	2,75	2,89	3,22	3,44	3,66	3,96	4,07	2,97	3,21	3,44	3,66	3,88	4,09	4,30
	29	2,93	3,19	3,43	3,66	3,91	4,14	4,37	3,16	3,41	3,65	3,89	4,13	4,36	4,59	3,40	3,66	3,89	4,13	4,38	4,61	4,82
	30	3,31	3,57	3,86	4,15	4,41	4,66	4,92	3,55	3,81	4,10	4,38	4,66	4,90	5,16	3,82	4,08	4,37	4,65	4,93	5,17	5,42

Table VII (suite)

Corrections c de température sur la masse volumique des vins de liqueur

mesurée à l'aide d'un aréomètre ou d'un pycnomètre en *verre ordinaire*, à $t^{\circ}\text{C}$, pour la ramener à 20°C ,

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000}$$

□ si $t^{\circ}\text{C}$ est inférieure à 20°C

+ si $t^{\circ}\text{C}$ est supérieure à 20°C

	Vins de 19% volume							Vins de 21% volume						
	Masses volumiques							Masses volumiques						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120

Températures en °C	10	3,14	3,48	3,83	4,17	4,48	4,78	5,07	3,50	3,84	4,19	4,52	4,83	5,12	5,41
	11	2,87	3,18	3,49	3,78	4,06	4,32	4,57	3,18	3,49	3,80	4,09	4,34	4,63	4,88
	12	2,58	2,96	3,13	3,39	3,65	3,88	4,10	2,86	3,13	3,41	3,67	3,92	4,15	4,37
	13	2,31	2,55	2,77	2,99	3,20	3,41	3,61	2,56	2,79	3,01	3,23	3,44	3,65	3,85
	14	2,03	2,23	2,43	2,61	2,80	2,96	3,13	2,23	2,43	2,63	2,81	3,00	3,16	3,33
	15	1,69	1,86	2,02	2,18	2,33	2,48	2,62	1,86	2,03	2,19	2,35	2,50	2,65	2,80
	16	1,38	1,52	1,65	1,78	1,90	2,02	2,13	1,51	1,65	1,78	1,91	2,03	2,15	2,26
	17	1,06	1,16	1,26	1,35	1,44	1,53	1,62	1,15	1,25	1,35	1,45	1,54	1,63	1,71
	18	0,73	0,79	0,85	0,92	0,98	1,03	1,09	0,79	0,85	0,92	0,98	1,05	1,10	1,15
	19	0,38	0,41	0,44	0,48	0,51	0,52	0,56	0,41	0,44	0,47	0,51	0,54	0,57	0,59
	20														
	21	0,37	0,41	0,44	0,47	0,50	0,53	0,56	0,41	0,44	0,47	0,51	0,54	0,57	0,59
	22	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	1,04	1,10	0,81	0,88	0,94	1,00	1,06	1,10	1,17
	23	1,15	1,30	1,34	1,43	1,51	1,60	1,68	1,25	1,34	1,44	1,63	1,61	1,70	1,78
	24	1,55	1,67	1,77	1,89	2,00	2,11	2,23	1,68	1,80	1,90	2,02	2,13	2,25	2,36
	25	1,95	2,09	2,24	2,39	2,53	2,67	2,71	2,11	2,25	2,40	2,55	2,69	2,83	2,97
	26	2,36	2,54	2,71	2,89	3,04	3,20	3,35	2,55	2,73	2,90	3,07	3,22	3,38	3,54
	27	2,79	2,99	3,18	3,38	3,57	3,75	3,92	3,01	3,20	3,40	3,59	3,78	3,96	4,13
	28	3,20	3,44	3,66	3,89	4,11	4,32	4,53	3,46	3,69	3,93	4,15	4,36	4,58	4,77
	29	3,66	3,92	4,15	4,40	4,64	4,87	5,08	3,95	4,20	4,43	4,68	4,92	5,15	5,36
	30	4,11	4,37	4,66	4,94	5,22	5,46	5,71	4,42	4,68	4,97	5,25	5,53	5,77	6,02

ANNEXE II

Comparaison des résultats pour les méthodes de mesure de la masse volumique par le résonateur de flexion (Méthode B) et la balance hydrostatique (Méthode C)

À partir d'échantillons dont la masse volumique est comprise entre 0,992 et 1,012 g/cm³, il a été procédé à la mesure de la répétabilité et de la reproductibilité lors d'un essai inter laboratoire. Une comparaison a été effectuée entre la masse volumique de différents échantillons mesurés 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. Échantillons

Des vins de différentes masses volumiques 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 (Vérone, Italie) 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, et d'après les lignes directrices ISO 43 et ILAC G13. Un rapport annuel est fourni par l'organisation citée à tous les participants.

3. Appareils

- 3.1. Une balance hydrostatique électronique (dont la précision permet de donner la 5^{ème} décimale), si possible équipée d'un appareil de traitement de données.
- 3.2. Un densimètre électronique, équipé si possible d'un échantillonneur automatique.

4. Analyses

D'après les règles de validation des méthodes d'analyse, chaque échantillon est analysé deux fois consécutives pour déterminer le titre alcoométrique.

5. Résultats

Le tableau 1 montre les résultats des mesures obtenues par les laboratoires utilisant une balance hydrostatique.

Le tableau 2 montre les résultats obtenus par les laboratoires utilisant un densimètre électronique.

6. Evaluations des résultats

6.1. Les résultats des essais ont été examinés pour mettre en évidence l'erreur systématique individuelle ($p < 0,025$) en utilisant successivement les tests de Cochran et de Grubbs, selon les procédures internationalement acceptées décrites dans le « Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies » (protocole pour la conception, la conduite et l'interprétation des études de performance des méthodes).

6.2. Répétabilité (r) et reproductibilité (R)

Les calculs de répétabilité (r) et reproductibilité (R) définies par le protocole ont été effectués sur les résultats restant après élimination des valeurs aberrantes. Lors de l'évaluation d'une nouvelle méthode, il est fréquent qu'il n'existe pas de méthode de référence validée ou de méthode statutaire pour comparer les critères de précision ; pour comparer les données de précision obtenues lors des essais collaboratifs on se réfère donc à des niveaux de précision « estimés ». Ces niveaux « estimés » sont calculés d'après la formule d'Horwitz. La comparaison des résultats d'essais et les niveaux prévus indiquent si la méthode est suffisamment précise pour le niveau d'analyte mesuré. La valeur prédite d'Horwitz est calculée par la formule d'Horwitz.

$$RSDR = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

où C est la concentration mesurée d'analyte exprimée en décimales (par ex. 1 g/100 g = 0,01).

La valeur Horrat donne une comparaison de la précision actuelle déterminée avec la précision prédite par la formule d'Horwitz pour la méthode et au niveau particulier de concentration de l'analyte ; elle est calculée comme suit :

$$HoR = RSDR(\text{mesurée})/RSDR(\text{Horwitz})$$

6.3 Reproductibilité inter laboratoires

Une valeur Horrat de 1 indique normalement une reproductibilité inter laboratoires

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 :

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

CrD95 est la différence critique avec une probabilité de 95%. Le calcul est réalisé selon la résolution OIV-MA-AS1-08

Le tableau 3 montre les différences entre les mesures obtenues par les laboratoires utilisant le densimètre électronique et ceux utilisant la balance hydrostatique.

6.4 Paramètres de fidélité

Le tableau 4 montre la moyenne générale des paramètres de fidélité calculée à partir de tous les essais mensuels qui se sont déroulés entre janvier 2008 et décembre 2010.

Tableau 1: résultats obtenus par les laboratoires ayant réalisé les essais sur une balance hydrostatique (BH)

Échantillon	Moyenne	Nombre de valeurs totales	Nombre de Valeur retenues	répétabilité	s_r	RSDr	Hor	Reproductibilité	s_R	RSDRcalc	HoR	n° répét.	CrD95
01/08	0,995491	130	120	0,0001701	0,0000607	0,0061016	0,0046193	0,0005979	0,0002135	0,0214502	0,0107178	2	0,0004141
02/08	1,011475	146	125	0,0004714	0,0001684	0,0166457	0,0126320	0,0008705	0,0003109	0,0307366	0,0153947	2	0,0005686
03/08	0,992473	174	161	0,0001470	0,0000525	0,0052898	0,0040029	0,0004311	0,0001540	0,0155140	0,0077482	2	0,0002959
04/08	0,993147	172	155	0,0002761	0,0000986	0,0099274	0,0075130	0,0005446	0,0001945	0,0195839	0,0097818	2	0,0003595
05/08	1,004836	150	138	0,0001882	0,0000672	0,0066905	0,0050723	0,0007495	0,0002677	0,0266373	0,0133283	2	0,0005215
06/08	0,993992	152	136	0,0001486	0,0000531	0,0053391	0,0040411	0,0005302	0,0001894	0,0190506	0,0095167	2	0,0003675
07/08	0,992447	162	150	0,0002660	0,0000950	0,0095709	0,0072424	0,0006046	0,0002159	0,0217575	0,0108664	2	0,0004063
08/08	0,992210	162	151	0,0002619	0,0000935	0,0094281	0,0071341	0,0006309	0,0002253	0,0227108	0,0113420	2	0,0004265
09/08	1,002600	148	131	0,0001093	0,0000390	0,0038920	0,0029496	0,0007000	0,0002500	0,0249341	0,0124719	2	0,0004919
10/08	0,994482	174	152	0,0001228	0,0000439	0,0044105	0,0033385	0,0004250	0,0001518	0,0152645	0,0076259	2	0,0002942
11/08	0,992010	136	125	0,0000909	0,0000325	0,0032742	0,0024775	0,0004256	0,0001520	0,0153217	0,0076516	2	0,0002975
01/09	0,994184	174	152	0,0001655	0,0000591	0,0059435	0,0044987	0,0005439	0,0001942	0,0195384	0,0097606	2	0,0003756
02/09	0,992266	118	101	0,0001742	0,0000622	0,0062682	0,0047431	0,0005210	0,0001861	0,0187534	0,0093658	2	0,0003580
03/09	0,991886	164	135	0,0001850	0,0000661	0,0066603	0,0050395	0,0004781	0,0001707	0,0172136	0,0085963	2	0,0003251
04/09	0,993632	180	150	0,0001523	0,0000544	0,0054754	0,0041440	0,0004270	0,0001525	0,0153476	0,0076664	2	0,0002922
05/09	1,011061	116	100	0,0003659	0,0001307	0,0129234	0,0098067	0,0008338	0,0002978	0,0294527	0,0147508	2	0,0005605
06/09	0,992063	114	105	0,0002923	0,0001044	0,0105238	0,0079631	0,0005257	0,0001877	0,0189240	0,0094507	2	0,0003418
07/09	0,992708	172	155	0,0002892	0,0001033	0,0104040	0,0078732	0,0006156	0,0002199	0,0221478	0,0110617	2	0,0004106
08/09	0,993064	136	127	0,0002926	0,0001045	0,0105224	0,0079632	0,0007520	0,0002686	0,0270446	0,0135081	2	0,0005112

09/09	1,005285	118	110	0,0002946	0,0001052	0,0104661	0,0079352	0,0007226	0,0002581	0,0256704	0,0128454	2	0,0004892
10/09	0,992905	150	132	0,0002234	0,0000798	0,0080358	0,0060812	0,0004498	0,0001607	0,0161803	0,0080815	2	0,0002978
11/09	0,994016	142	127	0,0001896	0,0000677	0,0068114	0,0051555	0,0004739	0,0001693	0,0170278	0,0085062	2	0,0003214
01/10	0,994734	170	152	0,0002125	0,0000759	0,0076288	0,0057748	0,0005406	0,0001931	0,0194104	0,0096975	2	0,0003672
02/10	0,993177	120	110	0,0002210	0,0000789	0,0079467	0,0060140	0,0005800	0,0002071	0,0208565	0,0104175	2	0,0003950
03/10	0,992799	148	136	0,0002277	0,0000813	0,0081923	0,0061995	0,0015157	0,0005413	0,0545262	0,0272335	2	0,0010657
04/10	0,995420	172	157	0,0002644	0,0000944	0,0094866	0,0071819	0,0006286	0,0002245	0,0225542	0,0112693	2	0,0004244
05/10	1,002963	120	108	0,0007086	0,0002531	0,0252330	0,0191244	0,0013667	0,0004881	0,0486677	0,0243447	2	0,0008991
06/10	0,992546	120	113	0,0001737	0,0000620	0,0062506	0,0047300	0,0005435	0,0001941	0,0195567	0,0097673	2	0,0003744
07/10	0,992831	174	152	0,0003003	0,0001073	0,0108031	0,0081753	0,0006976	0,0002492	0,0250959	0,0125344	2	0,0004699
08/10	0,993184	144	130	0,0001799	0,0000642	0,0064674	0,0048945	0,0005951	0,0002125	0,0213984	0,0106882	2	0,0004111
09/10	1,012293	114	103	0,0002265	0,0000809	0,0079907	0,0060647	0,0014586	0,0005209	0,0514596	0,0257772	2	0,0010251
10/10	0,992289	154	136	0,0006386	0,0002281	0,0229860	0,0173933	0,0007033	0,0002512	0,0253124	0,0126415	2	0,0003812
11/10	0,994649	130	112	0,0002902	0,0001036	0,0104200	0,0078876	0,0005287	0,0001888	0,0189830	0,0094838	2	0,0003445

Tableau 2 : résultats obtenus par les laboratoires ayant réalisé les essais avec un densimètre électronique (DE)

Échantillon	Moyenne	Nombre de valeurs totales	Nombre de valeurs retenues	répétabilité	s _e	RSDr	Hor	Reproductibilité	s _b	RSDRcalc	HoR	n° répét.	CrD95
01/08	0,995504	114	108	0,0000755	0,0000270	0,0027085	0,0020505	0,0001571	0,0000561	0,0056361	0,0028162	2	0,0001045
02/08	1,011493	132	125	0,0001921	0,0000686	0,0067837	0,0051480	0,0004435	0,0001584	0,0156582	0,0078426	2	0,0002985
03/08	0,992491	138	118	0,0000746	0,0000266	0,0026830	0,0020303	0,0002745	0,0000980	0,0098776	0,0049332	2	0,0001905
04/08	0,993129	132	120	0,0001230	0,0000439	0,0044247	0,0033486	0,0002863	0,0001023	0,0102965	0,0051429	2	0,0001929
05/08	1,004892	136	116	0,0000926	0,0000331	0,0032893	0,0024937	0,0004777	0,0001706	0,0169785	0,0084955	2	0,0003346
06/08	0,994063	142	123	0,0000558	0,0000199	0,0020051	0,0015177	0,0001776	0,0000634	0,0063791	0,0031867	2	0,0001224
07/08	0,992498	136	125	0,0000822	0,0000294	0,0029576	0,0022381	0,0002094	0,0000748	0,0075368	0,0037641	2	0,0001423
08/08	0,992270	130	115	0,0000515	0,0000184	0,0018537	0,0014027	0,0001665	0,0000595	0,0059940	0,0029935	2	0,0001149
09/08	1,002603	136	121	0,0000821	0,0000293	0,0029236	0,0022157	0,0003328	0,0001189	0,0118565	0,0059306	2	0,0002318
10/08	0,994493	128	117	0,0000667	0,0000238	0,0023954	0,0018132	0,0001429	0,0000510	0,0051309	0,0025633	2	0,0000954
11/08	0,992017	118	104	0,0000842	0,0000301	0,0030309	0,0022933	0,0001962	0,0000701	0,0070644	0,0035279	2	0,0001322
01/09	0,994216	148	131	0,0000830	0,0000297	0,0029832	0,0022580	0,0001551	0,0000554	0,0055712	0,0027832	2	0,0001015
02/09	0,992251	104	88	0,0000947	0,0000338	0,0034097	0,0025801	0,0002846	0,0001017	0,0102451	0,0051165	2	0,0001956
03/09	0,991875	126	108	0,0001271	0,0000454	0,0045777	0,0034637	0,0002067	0,0000738	0,0074421	0,0037165	2	0,0001316
04/09	0,993654	134	114	0,0001166	0,0000416	0,0041899	0,0031711	0,0002043	0,0000730	0,0073417	0,0036673	2	0,0001322
05/09	1,011035	128	104	0,0002388	0,0000853	0,0084361	0,0064016	0,0003554	0,0001269	0,0125542	0,0062875	2	0,0002211
06/09	0,992104	116	106	0,0001005	0,0000359	0,0036178	0,0027375	0,0003169	0,0001132	0,0114088	0,0056976	2	0,0002184
07/09	0,992720	144	140	0,0001579	0,0000564	0,0056815	0,0042995	0,0002916	0,0001042	0,0104923	0,0052404	2	0,0001905
08/09	0,993139	110	102	0,0001175	0,0000420	0,0042242	0,0031969	0,0003603	0,0001287	0,0129577	0,0064721	2	0,0002479
09/09	1,005276	112	108	0,0001100	0,0000393	0,0039070	0,0029622	0,0003522	0,0001258	0,0125134	0,0062617	2	0,0002429
10/09	0,992912	122	111	0,0000705	0,0000252	0,0025365	0,0019195	0,0002122	0,0000758	0,0076315	0,0038117	2	0,0001458
11/09	0,994031	128	118	0,0000718	0,0000256	0,0025784	0,0019516	0,0001639	0,0000585	0,0058883	0,0029415	2	0,0001102
01/10	0,994752	144	136	0,0000773	0,0000276	0,0027765	0,0021017	0,0001787	0,0000638	0,0064144	0,0032046	2	0,0001203

02/10	0,993181	108	98	0,0001471	0,0000525	0,0052893	0,0040029	0,0001693	0,0000605	0,0060884	0,0030410	2	0,0000945
03/10	0,992665	140	127	0,0001714	0,0000612	0,0061683	0,0046678	0,0002378	0,0000849	0,0085559	0,0042732	2	0,0001447
04/10	0,995502	142	128	0,0001175	0,0000419	0,0042138	0,0031901	0,0002320	0,0000829	0,0083248	0,0041596	2	0,0001532
05/10	1,002851	130	119	0,0001195	0,0000427	0,0042555	0,0032253	0,0002971	0,0001061	0,0105815	0,0052930	2	0,0002014
06/10	0,992607	106	99	0,0001228	0,0000438	0,0044172	0,0033427	0,0002226	0,0000795	0,0080092	0,0040001	2	0,0001449
07/10	0,992871	160	150	0,0001438	0,0000513	0,0051712	0,0039134	0,0003732	0,0001333	0,0134258	0,0067057	2	0,0002539
08/10	0,993235	104	93	0,0000895	0,0000320	0,0032182	0,0024356	0,0002458	0,0000878	0,0088399	0,0044154	2	0,0001680
09/10	1,012328	112	105	0,0000870	0,0000311	0,0030692	0,0023295	0,0003395	0,0001213	0,0119781	0,0060001	2	0,0002361
10/10	0,992308	128	115	0,0000606	0,0000216	0,0021811	0,0016504	0,0001635	0,0000584	0,0058845	0,0029388	2	0,0001116
11/10	0,994683	120	108	0,0001127	0,0000402	0,0040450	0,0030620	0,0001597	0,0000570	0,0057339	0,0028647	2	0,0000979

Tableau 3 : Comparaison des résultats entre la balance hydrostatique (BH) et la densimétrie électronique (DE)

Masse volumique - Balance hydrostatique				Masse volumique - Résonateur de flexion				Comparaison
Échantillon	Valeur moyenne	Valeurs totales	Valeurs retenues	Échantillon	Valeur moyenne	Valeurs totales	Valeurs retenues	$\Delta(BH-DE)$
01/08	0,995491	130	120	01/08	0,995504	114	108	-0,000013
02/08	1,011475	146	125	02/08	1,011493	132	125	-0,000018
03/08	0,992473	174	161	03/08	0,992491	138	118	-0,000018
04/08	0,993147	172	155	04/08	0,993129	132	120	0,000018
05/08	1,004836	150	138	05/08	1,004892	136	116	-0,000056
06/08	0,993992	152	136	06/08	0,994063	142	123	-0,000071
07/08	0,992447	162	150	07/08	0,992498	136	125	-0,000051
08/08	0,992210	162	151	08/08	0,992270	130	115	-0,000060
09/08	1,002600	148	131	09/08	1,002603	136	121	-0,000003
10/08	0,994482	174	152	10/08	0,994493	128	117	-0,000011
11/08	0,992010	136	125	11/08	0,992017	118	104	-0,000007
01/09	0,994184	174	152	01/09	0,994216	148	131	-0,000031
02/09	0,992266	118	101	02/09	0,992251	104	88	0,000015
03/09	0,991886	164	135	03/09	0,991875	126	108	0,000011
04/09	0,993632	180	150	04/09	0,993654	134	114	-0,000022

05/09	1,011061	116	100	05/09	1,011035	128	104	0,000026
06/09	0,992063	114	105	06/09	0,992104	116	106	-0,000041
07/09	0,992708	172	155	07/09	0,992720	144	140	-0,000012
08/09	0,993064	136	127	08/09	0,993139	110	102	-0,000075
09/09	1,005285	118	110	09/09	1,005276	112	108	0,000009
10/09	0,992905	150	132	10/09	0,992912	122	111	-0,000008
11/09	0,994016	142	127	11/09	0,994031	128	118	-0,000015
01/10	0,994734	170	152	01/10	0,994752	144	136	-0,000018
02/10	0,993177	120	110	02/10	0,993181	108	98	-0,000005
03/10	0,992799	148	136	03/10	0,992665	140	127	0,000134
04/10	0,995420	172	157	04/10	0,995502	142	128	-0,000082
05/10	1,002963	120	108	05/10	1,002851	130	119	0,000112
06/10	0,992546	120	113	06/10	0,992607	106	99	-0,000061
07/10	0,992831	174	152	07/10	0,992871	160	150	-0,000040
08/10	0,993184	144	130	08/10	0,993235	104	93	-0,000052
09/10	1,012293	114	103	09/10	1,012328	112	105	-0,000035
10/10	0,992289	154	136	10/10	0,992308	128	115	-0,000019
11/10	0,994649	130	112	11/10	0,994683	120	108	-0,000035
						moyenne	$\Delta(BH-DE)$	-0,0000162
						écart-type.	$\Delta(BH-DE)$	0,0000447

Tableau 4 : Paramètres de fidélité

	<i>balance hydrostatique (BH)</i>	<i>densimétrie électronique (DE)</i>
n° valeurs retenues	4347	3800
min	0,99189 g/cm ³	0,99187 g/cm ³

max	1,01229 g/cm ³	1,01233 g/cm ³
R	0,00067 g/cm ³	0,00025 g/cm ³
s _R	0,00024 g/cm ³	0,000091 g/cm ³
R%	0,067 %	0,025 %
r	0,00025 g/cm ³	0,00011 g/cm ³
s _r	0,000090 g/cm ³	0,000038 g/cm ³
r%	0,025 %	0,011 %

Légende :

n : nombre de valeurs retenues

min : limite inférieure de la plage de mesure

max : limite supérieure de la plage de mesure

r : répétabilité

s_r : écart-type de répétabilité

r% : répétabilité relative (r x 100 / valeur moyenne)

R : reproductibilité

s_R : écart-type de reproductibilité

R% : reproductibilité relative (R x 100 / valeur moyenne)

BIBLIOGRAPHIE

1. JAULMES P., Bull. O.I.V., 1953, 26, No 274, 6.
2. JAULMES P., BRUN Mme S, Trav. Soc. Pharm., Montpellier, 1956, 16, 115 ; 1960.
3. 20, 137 ; Ann. Fals. Exp. Chim., 1963, 46, 129 et 143,
4. BRUN Mme S. et TEP Y., Ann. Fals. Exp. Chim., 37-40 ; F.V., O.I.V, 1975, No 539,