RÉSOLUTION OIV-OENO 666-2023

ANALYSE MULTI-ÉLÉMENTS DANS LE VIN PAR SPECTROMÉTRIE À PLASMA INDUIT COUPLÉE À UN SPECTROMÈTRE DE MASSE (SM-PCI)

AVERTISSEMENT : cette résolution abroge la résolution suivante
- OIV/OENO 344/2010

L'ASSEMBLÉE GÉNÉRALE,

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

CONSIDÉRANT la résolution OIV/OENO 344/210, Analyse multi-élémentaire par ICP-MS, adoptée en 2010,

CONSIDÉRANT la méthode d'analyse OIV-MA-AS323-07, Analyse multi-élémentaire par ICP-MS, adoptée en 2010,

SUR PROPOSITION de la Sous-commission « Méthodes d'analyse »,

DÉCIDE d'abroger la résolution OIV/OENO 344/2010, Analyse multi-élémentaire par ICP-MS, et d'adopter la présente résolution,

DÉCIDE de modifier la méthode d'analyse OIV-MA-AS323-07 conformément à la présente résolution :

ANALYSE MULTI-ÉLÉMENTS DANS LE VIN PAR SPECTROMÉTRIE À PLASMA INDUIT COUPLÉE À UN SPECTROMÈTRE DE MASSE (SM-PCI)

Méthode de type II [1]

1. DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode peut être appliquée à l'analyse des éléments présents dans le vin dans la plage de concentration indiquée dans la liste suivante :

- aluminium, entre 0,25 et 5,0 mg/L,
- arsenic, entre 0,010 et 10 mg/L,
- bore, entre 10 et 40 mg/L,

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

- brome, entre 0,20 et 2,5 mg/L,
- cadmium, entre 0,001 et 0,040 mg/L,
- cobalt, entre 0,002 et 0,050 mg/L,
- cuivre, entre 0,10 et 2,0 mg/L,
- strontium, entre 0,30 et 1,0 mg/L,
- fer, entre 0,80 5,0 mg/L,
- lithium, entre 0,010 et 0,050 mg/L,
- magnésium, entre 50 et 300 mg/L,
- manganèse, entre 0,50 et 1,5 mg/L,
- nickel, entre 0,010 et 0,20 mg/L,
- plomb, entre 0,010 et 0,20 mg/L,
- rubidium, entre 0,50 et 1,2 mg/L,
- sodium, entre 5 et 30 mg/L,
- vanadium, entre 0,003 et 0,20 mg/L,
- zinc, entre 0,30 et 1,0 mg/L.

La technique de SM-PCI peut également être employée pour analyser d'autres éléments dans le vin.

De manière optionnelle, il peut s'avérer avantageux de pratiquer une minéralisation préalable de certains échantillons, par exemple pour les vins contenant plus de 100 g/L de sucres. Il est alors recommandé de réaliser une digestion à l'acide nitrique par micro-ondes en système fermé.

La méthode peut également être appliquée aux moûts, après minéralisation.

2. PRINCIPE

Dosage multi-éléments par spectrométrie à plasma induit couplée à un spectromètre de masse (SM-PCI).

Injection et nébulisation de l'échantillon dans un plasma formé par un courant à haute fréquence. Le plasma provoque la désolvatation, l'atomisation et l'ionisation des éléments présents dans l'échantillon. Extraction des ions à travers un système de vide

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

doté de lentilles ioniques. Séparation des ions en fonction de leur rapport masse/charge dans un spectromètre de masse, par exemple un quadripôle. Détection et quantification des ions à travers un système multiplicateur d'électrons.

3. RÉACTIFS ET SOLUTIONS

3.1. Eau de qualité I, conforme à la norme ISO 3696.

3.2. Solution(s) certifiée(s) (par exemple 100 mg/L) contenant les métaux à analyser. Des solutions multi-éléments ou mono-élément peuvent être employées.

3.3. Solutions étalons internes (normalement 1 g/L). Exemples de solutions étalons internes pouvant être utilisées dans cette méthode : indium, scandium, tellure, rhodium, yttrium, iridium et le germanium (le tellure, l'yttrium et le germanium sont spécifiquement recommandés pour le dosage de l'arsenic).

3.4. Acide nitrique (HNO_3) ≥ 60 % v/v (impuretés métalliques ≤ 0,1 µg/L), n° CAS : 7697-37-2.

3.5. Argon avec une pureté minimale de 99,999 %, n° CAS : 7440-37-1.

3.6. Azote (teneur maximale en impuretés : H_2O≤ 3 mg/L, O2 ≤ 2 mg/L et CnHm ≤ 0,5 mg/L), n° CAS : 7727-37-9.

3.7. Alcool isopropylique avec une pureté minimale de 99,8 %, n° CAS : 67-63-0.

REMARQUE : Le laboratoire démontrera, grâce à l'étude des blancs des réactifs, l'absence de contamination des éléments à analyser pour les volumes des ajouts spécifiés dans la méthode.

La concentration des solutions, ainsi que les étalons internes, sont donnés à titre de référence.

Préparation des solutions étalons

La concentration en acide nitrique dans les étalons et dans la dilution finale des échantillons de vin doit être identique. La concentration en acide nitrique à utiliser dépend de la tolérance du dispositif de SM-PCI (habituellement entre 1 et 5 % v/v). Les préparations suivantes sont données à titre d'exemple.

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

3.8. Solution mère (5 mg/L)

Dans un tube de 10 mL (4.4), introduire 500 mL d'eau (3.1), 500 µL de la solution (3.2) et ajouter 100 µL d' HNO_3 (3.4). Compléter à 10 mL avec de l'eau (3.1) et homogénéiser.

3.9. Solution étalon interne (1 mg/L)

À l'aide des micropipettes (4.3), introduire 25 mL d'eau (3.1), 50 µL de la solution d'indium ou de rhodium (3.3) et 500 µL d' HNO_3 (3.4) dans un tube de 50 mL (4.5). Compléter à 50 mL avec de l'eau (3.1) et homogénéiser.

3.10. Solution étalon interne (pour un ajout en ligne de l'étalon interne)

La solution étalon interne peut être introduite via un canal séparé de la pompe péristaltique, puis mélangée avec l'échantillon et les solutions d'étalonnage au moyen d'une pièce en Y.

Préparer cette solution en diluant la solution 3.9, en fonction du diamètre interne (DI) des tubes d'admission, de manière à ce que, dans le mélange final, la concentration de l'étalon interne soit, par exemple, de 10 µg/L.

3.11. Solutions étalons de la gamme d'étalonnage

Elles sont préparées par dilution de la solution mère (3.8). Adapter le domaine d'étalonnage en fonction de la dilution effectuée sur l'échantillon ou l'équipement utilisé.

Utiliser les micropipettes de 1000 µL et 100 µL (4.3).

Ajouter l'étalon interne de manière à ce que sa concentration finale soit égale aussi bien dans les solutions étalons que dans les échantillons (10 µg/L dans cet exemple). Lorsque l'étalon interne est ajouté en ligne, comme expliqué au point 3.10., ne pas ajouter d'étalon interne dans la solution d'étalonnage.

Ces solutions étalons peuvent également être préparées de manière gravimétrique.

4. MATÉRIEL ET APPAREILLAGE

4.1. Spectromètre de masse à plasma à couplage inductif avec ou sans cellule de réaction/collision.

4.2. Échantillonneur automatique (en option).

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

4.3. Micropipettes de 1000 µL, 500 µL et 100 µL.

4.4. Tubes à essai en plastique gradués de 10 mL avec bouchon.

4.5. Tubes à essai en plastique gradués de 50 mL avec bouchon.

4.6. Système de digestion à revêtement de téflon ou bain d'eau pouvant être utilisé jusqu'à 90 °C.

5. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Dégazer les échantillons contenant du CO_2 par barbotage à l'azote (3.6), par ultrasons ou par toute autre méthode appropriée.

À l'aide d'une micropipette (4.3), introduire 5 mL d'eau (3.1), 500 µL de vin, 100 à 500 µL d'HNO3 (3.4) et 100 µL de solution étalon interne (3.9) (sauf en cas d'introduction en ligne de l'étalon interne, comme indiqué au point 3.10) dans un tube de 10 mL (4.4). Compléter avec de l'eau (3.1) et homogénéiser.

Lorsque les étalons sont préparés de manière gravimétrique, la dilution finale de l'échantillon doit également être obtenue de manière gravimétrique.

Pour certains éléments, une dilution supérieure pourra être nécessaire, du fait de leur teneur naturellement élevée dans l'échantillon.

Cas particuliers :

A. Brome

Le brome (Br) est doté d'un fort potentiel ionisant et son ionisation dans le plasma peut être incomplète à cause de la présence de concentrations élevées d'autres éléments ayant un potentiel ionisant faible dans les vins. Il peut en résulter une quantification incorrecte du brome. Une dilution au 1/50 est recommandée afin d'éviter cet effet (au cas où une autre dilution est utilisée, confirmer les résultats en vérifiant le recouvrement après un ajout).

B. Arsenic

Lors du dosage de l'arsenic par SM-PCI, l'éthanol contenu dans l'échantillon augmente l'ionisation de l'arsenic dans le plasma, conduisant à une surestimation de sa concentration. Il existe diverses alternatives pour contrebalancer cet effet ; les trois

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

options suivantes sont indiquées à titre d'exemples :

B.1. Utilisation de tellure (Te) comme étalon interne

Du fait de son énergie ionisante élevée, le tellure corrige l'effet matrice lors du dosage de l'arsenic. Du Te est ajouté aux étalons et aux échantillons, soit en ligne comme indiqué au point 3.10, soit au cours de la préparation des étalons et des échantillons, comme indiqué aux point 3.11 et 5 respectivement.

B.2. Ajout d'alcool isopropylique aux étalons et aux échantillons

Pour masquer l'effet matrice de l'éthanol du vin dans l'ionisation de l'arsenic, ajouter 200 µL d'alcool isopropylique (3.7) lors de la préparation des solutions d'échantillon avant de compléter à niveau.

Ajouter également de l'alcool isopropylique (3.7) aux solutions étalons (3.11) afin d'obtenir la même concentration que dans les solutions d'échantillon.

Alternativement, si l'étalon interne est ajouté en ligne au moyen d'une pièce en Y, de l'alcool isopropylique (3.7) peut être ajouté à la solution étalon interne (3.10) au lieu d'être ajouté lors de la préparation des solutions étalons et d'échantillon. Pour calculer la concentration en alcool isopropylique (3.7) dans le mélange final, il convient de prendre en compte le diamètre interne des tubes d'admission de l'échantillon et de l'étalon interne. Il est recommandé que la concentration en alcool isopropylique dans le mélange final soit de 2 % (v/v). La concentration en alcool isopropylique (3.7) dans le mélange final peut être calculé en appliquant la formule suivante :

$$Cf = Co \times F$$

où :

- Cf : concentration en alcool isopropylique (3.7) dans le mélange final
- Co : concentration en alcool isopropylique (3.7) ajouté à la solution étalon interne (3.10)
- F : facteur de dilution obtenu à partir de la formule suivante :

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

$$F = \frac{(\frac{DI_1}{2})^2}{\left[(\frac{DI_2}{2})^2 + (\frac{DI_2}{2})^2\right]}$$

où :

DI_1: diamètre interne du tube d'admission de l'étalon interne

DI_2: diamètre interne du tube d'admission de l'échantillon

B.3. Minéralisation des échantillons

Les conditions suivantes sont fournies à titre d'exemple :

Préparation des échantillons : ôter le bouchon avec soin pour veiller à ce que le vin ne soit pas contaminé par des débris de liège. Pipeter les échantillons de vin directement dans la bouteille, sans passer par un contenant intermédiaire. À l'aide d'une micropipette (4.3), introduire 2,5 mL de vin, 2,5 mL d' HNO_3 concentré (3.4), 2 mL d'eau (3.1) et 500 µL de solution étalon interne (3.9) dans un tube de 50 mL (4.4).

Attendre quelques minutes car une réaction exothermique peut causer des débordements.

Sceller les tubes hermétiquement ou les équiper d'un système permettant les reflux. Les solutions sont placées dans un système chauffant (4.6) avec le thermostat à 90 °C pendant 180 minutes.

Une fois la digestion achevée, laisser les tubes refroidir à température ambiante.

Compléter le volume à 50 mL avec de l'eau (3.1) et homogénéiser.

6. MODE OPÉRATOIRE

Cette procédure est donnée à titre d'exemple.

Conformément aux instructions du fabricant de l'instrument, mettre l'appareil sous tension (pompe en fonctionnement et plasma activé).

Nettoyer le système pendant 20 minutes avec de l'HNO_3 à 2 % v/v (3.4).

S'assurer que le dispositif fonctionne correctement. Analyser un blanc et la série de solutions étalons dans l'ordre croissant des concentrations, ainsi que les contrôles de qualité internes établis par chaque laboratoire.

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

Élément	m/z*
Aluminium	27
Arsenic	75/91 (pour l'AsO, formé par réaction avec l'oxygène)
Bore	11
Brome	79
Cadmium	114
Cobalt	59
Cuivre	63
Strontium	88
fer	56/57
Lithium	7
Magnésium	24
Manganèse	55
Nickel	60
Plomb	Moyenne de 206, 207 et 208
Rubidium	85
Sodium	23
Vanadium	51
Zinc	64

* Le tableau ci-dessus est donné à titre d'exemple. D'autres isotopes peuvent être

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

nécessaires en fonction de l'équipement.

En cas d'utilisation d'un équipement sans cellule de collision/réaction, des équations de correction pourront être nécessaires pour certains éléments.

REMARQUE :

Des interférences spectrales peuvent perturber le dosage de certains éléments, comme par exemple :

- Interférences isobariques (deux éléments de masse similaire ; par exemple 115 pour l'In et le Sn). Dans ce cas, le choix de l'isotope étudié doit être adapté.
- Interférences attribuables aux charges doubles et aux oxydes : les teneurs en oxydes et en charges doubles peuvent être contrôlées avant l'analyse au moyen de solutions témoins. L'optimisation des paramètres de l'équipement (débit de nébulisation, réglages des lentilles, position de la torche, du nébuliseur, etc.) permet de réduire ces interférences.
- Interférences polyatomiques, qui peuvent être corrigées par le biais de l'utilisation d'équations de correction voire même de cellules de collision-réaction.

7. RÉSULTATS

Le logiciel peut calculer directement les résultats.

Les résultats doivent être exprimés dans les mêmes unités que les limites maximales établies dans les règlementations.

Obtenir, en interpolant dans la courbe d'étalonnage, la concentration de l'élément dans les échantillons dilués. Calculer la concentration des éléments dans l'échantillon en utilisant l'équation suivante :

$$C = \frac{C_m x V_t}{V_m}$$

où :

- C = concentration de l'élément dans l'échantillon
- C_m= concentration de l'élément dans l'échantillon dilué
- V_t= volume final de la solution de mesure, en mL

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

- V_m= volume de l'aliquote de vin, en mL

8. FIDÉLITÉ

Les résultats des paramètres statistiques de l'essai collaboratif sont présentés en annexe A.

Le tableau 1 représente l'écart type relatif (en %) correspondant à la répétabilité et à la reproductibilité (%RSDr et %RSDR) de la méthode. (*) C = Concentration

Tableau 1. Écarts types relatifs de la répétabilité et de la reproductibilité

Élément	Concentration	$\%RSD_r$	$\%RSD_R$
Aluminium	0,25 - 5,0 mg/L	4	10
Bore	10 - 40 mg/L	3,8	6,3
Brome	0,20 - 1,0 mg/L	4,1	16,3
	≥ 1,0 - 2,5 mg/L	2,1	8,0
Cadmium	0,001 - 0,020 mg/L	0,06 C*+0,18	10
	≥ 0,020 - 0,040 mg/L	1,5	10
Cobalt	0,002 - 0,050 mg/L	3,2	13,2
Cuivre	0,10 - 0,50 mg/L	3,8	11,4
	≥ 0,50 - 2,0 mg/L	2,0	11,4
Strontium	0,30 - 1,0 mg/L	2,5	7,5
Fer	0,80 - 1,0 mg/L	4,2	15,7
	≥ 1,0 - 5,0 mg/L	4,2	7,8
Lithium	0,010 - 0,050 mg/L	7	12

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

Magnésium	50 - 300 mg/L	2	6
Manganèse	0,50 - 1,5 mg/L	3	7
Nickel	0,010 - 0,20 mg/L	5	8
Plomb	0,010 - 0,050 mg/L	8	7
	≥ 0,050 - 0,20 mg/L	2	7
Rubidium	0,50 - 1,2 mg/L	3	6
Sodium	5 - 10 mg/L	2	10
	≥ 10 - 30 mg/L	0,3 C*−2,5	10
Vanadium	0,003 - 0,010 mg/L	8	10
	≥ 0,010 - 0,20 mg/L	3	10
Zinc	0,30 - 1,0 mg/L	5	12

Les résultats des paramètres statistiques d'une validation interne pour l'arsenic sont présentés en annexe B.

9. BIBLIOGRAPHIE

- ISO 5725:1994, Fidélité des méthodes d'essais – Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.
- ISO 17294:2004, Qualité de l'eau Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) Partie 1 : lignes directrices générales.
- Almeida, C. M. R., Vasconcelos, M. T. S. D., Barbaste, M. et Medina, B., Anal. Bioanal Chem., vol. 374, 2002, p. 314-322
- Castiñeira, M. M., Brandt, R., von Bohlen, A. et Jakubowski, N., Frenesius J. Anal.

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

Chem., vol. 370, 2001, p. 553-558.

- Castiñeira, M. M., Brandt, R., von Bohlen, A., Jakubowski, N. et Andersson, J. T., J. Agric Food Chem., vol. 52, 2004, p. 2962-2974.
- Almeida, C. M. R et Vasconcelos, M. T. S. D., J. Agric. Food Chem., vol. 51, 2003, p. 3012-3023.
- Almeida, C. M. R et Vasconcelos, M. T. S. D., J. Agric Food Chem., vol. 51, 2003, p. 4788-4798.
- Pérez-Jordan, M. Y., Soldevilla, J., Salvador, A., Pastor, A. et de la Guardia, M., J. Anat. At. Spectrom., vol. 13, 1998, p. 33-39.
- Perez-Trujillo, J.-P., Barbaste, M. et Medina, B., Anal. Lett., vol. 36(3) 2003, p. 679-697.
- Taylor, V. F., Longerich, H. P. et Greenough, J. D., J. Agric Food Chem., vol. 51, 2003, p. 856-860.
- Thiel, G., Geisler, G., Blechschmidt, I. et Danzer, K., Anal. Bioanal. Chem., vol. 378, 2004, p. 1630-1636.

ANNEXE A RÉSULTATS DES ESSAIS COLLABORATIFS

La présente méthode a été vérifiée grâce à deux essais collaboratifs, en évaluant la fidélité conformément à la norme ISO 5725. La justesse de la méthode a été évaluée au travers d'études de recouvrement.

Premier essai collaboratif

Huit échantillons (A, B, C, D, E, F, MH1 et MH2) ont été utilisés, avec les provenances suivantes :

- trois échantillons de vin rouge, avec et sans ajout,
- trois échantillons de vin blanc, avec et sans ajout,
- deux échantillons de mélange synthétique hydroalcoolique (MH), préparé avec de l'éthanol et de l'eau.

L'échantillon hydroalcoolique MH1 ayant présenté des problèmes d'instabilité lors de l'essai, ses résultats n'ont pas été pris en compte.

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

	MH2	A	B	C	D	E	F
Métal (mg/L)	Mélange hydro-alcoolique	Vin rouge 2	Vin rouge 3	Vin blanc 2	Vin blanc 3	Vin rouge	Vin blanc
Aluminium	5	0,5	2	2	1	Pas d'ajout	Pas d'ajout
Cadmium	0,001	0,005	0,02	0,05	0,01	Pas d'ajout	Pas d'ajout
Strontium	0,300	Pas d'ajout	Pas d'ajout	Pas d'ajout	Pas d'ajout	Pas d'ajout	Pas d'ajout
Lithium	0,020	0,01	0,02	0,04	0,01	Pas d'ajout	Pas d'ajout
Magnésium	50	100	200	50	25	Pas d'ajout	Pas d'ajout
Manganèse	0,500	0,5	1	1	0,5	Pas d'ajout	Pas d'ajout
Nickel	0,070	0,025	0,2	0,1	0,1	Pas d'ajout	Pas d'ajout
Plomb	0,010	0,05	0,1	0,15	0,05	Pas d'ajout	Pas d'ajout
Rubidium	1,0	Pas d'ajout	Pas d'ajout	Pas d'ajout	Pas d'ajout	Pas d'ajout	Pas d'ajout
Sodium	20	10	10	20	5	Pas d'ajout	Pas d'ajout
Vanadium	0,070	0,025	0,2	0,1	0,1	Pas d'ajout	Pas d'ajout
Zinc	0,010	0,05	0,1	0,15	0,05	Pas d'ajout	Pas d'ajout

Deuxième essai collaboratif

Seize échantillons (A, B, C, D, E, F, G, H, I, J, K, L, M, N, O et P) ont été utilisés, avec les

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

provenances suivantes :

- quatre échantillons de vin rouge, avec et sans ajout,
- quatre échantillons de porto, avec et sans ajout,
- six échantillons de vin blanc, avec et sans ajout,
- deux échantillons de champagne.

Quantités ajoutées aux échantillons

Échantillons	Code	Ajout	B	Br	Co	Cu	Fe
			mg/L	mg/L	µg/L	mg/L	mg/L
Vin blanc	F-N	Pas d'ajout	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	C-I	Ajout 1	5,0	0,5	5,0	5,0	1,0
	A-O	Ajout 2	10,0	1,0	10,0	1,0	2,0
Vin liquoreux	B-K	Pas d'ajout	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	E-L	Ajout 3	15,0	1,5	20,0	1,5	3,0
Vin rouge	D-M	Pas d'ajout	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	H-J	Ajout 4	20,0	2,0	50,0	2,0	5,0
Vin effervescent	G-P	Pas d'ajout	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

PARAMÈTRES DE FIDÉLITÉ (tableaux 1 à 17) :

Les valeurs de Horratr et HorratR ont été obtenues à l'aide de l'équation de Horwitz en tenant compte de la modification de Thompson pour les concentrations inférieures à 120 µg/L.

Tableau 1 : Aluminium (mg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD $_r$(%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A	11	10	0,68	0,020	0,06	2,9	11	0,26	0,077	0,22	11	17	0,66
B	11	9	2,1	0,043	0,12	2,0	9,4	0,22	0,21	0,61	10	14	0,71
C	11	9	2,1	0,032	0,09	1,5	9,5	0,16	0,21	0,59	10	14	0,69
D	11	10	1,2	0,041	0,12	3,4	10	0,34	0,10	0,29	8,3	16	0,56
E	11	10	0,34	0,014	0,04	4,1	12	0,34	0,029	0,08	8,5	19	0,46
F	11	10	0,27	0,006	0,02	2,2	13	0,17	0,028	0,08	10	20	0,52
MH2	11	8	5,2	0,26	0,73	5,0	8,2	0,60	0,56	1,6	11	13	0,86

Tableau 2 : Bore (mg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD $_r$(%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A-O	8	6	18	0,77	2,2	4,3	6,8	0,62	0,94	2,69	5,2	10	0,50
B-K	8	4	4,5	0,27	0,76	6,0	8,4	0,72	0,40	1,14	8,9	13	0,70
C-I	8	4	13	0,31	0,89	2,4	7,2	0,33	0,33	0,94	2,5	11	0,24
D-M	8	7	11	0,26	0,74	2,4	7.4	0,31	1,1	3,11	10	11	0,90
E-L	8	5	21	0,47	1,3	2,2	6.7	0,33	0,85	2,43	4,0	10	0,40
F-N	8	5	8,3	0,43	1,2	5,2	7.7	0,68	0,47	1,34	5,7	12	0,48
G-P	7	4	3,1	0,094	0,27	3,0	8.9	0,34	0,18	0,51	5,8	14	0,43
H-J	8	5	31	1,0	3,0	3,2	6.3	0,54	1,6	4,43	5,2	9,6	0,52

Tableau 3 : Brome (mg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD $_r$(%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A-O	6	2	1,21	0,028	0,08	2,3	10,3	0,22	0,041	0,12	3,4	15,6	0,22

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

B-K	5	2	0,19	0,006	0,02	2,9	13,6	0,21	0,0043	0,012	2,3	20,5	0,11
C-I	6	3	0,81	0,017	0,05	2,1	10,9	0,19	0,062	0,18	7,7	16,5	0,47
D-M	6	4	0,38	0,017	0,05	4,5	12,2	0,37	0,066	0,19	17,4	18,5	0,94
E-L	6	3	1,72	0,030	0,09	1,7	9,7	0,17	0,22	0,62	12,8	14,8	0,86
F-N	6	3	0,22	0,014	0,04	6,4	13,3	0,48	0,046	0,13	20,9	20,1	1
H-J	6	2	2,30	0,061	0,17	2,7	9,3	0,28	0,092	0,26	4	14,1	0,28

Tableau 4 : Cadmium (µg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD $_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A	12	11	6	0,2	0,6	3,3	15	0,22	1	3	17	22	0,77
B	12	11	16	0,4	1	2,5	15	0,17	2	6	13	22	0,59
C	12	9	40	0,4	1	1,0	15	0,07	3	8	7,5	22	0,34
D	12	10	10	0,3	0,8	3,0	15	0,20	0,9	3	9,0	22	0,41
E	8	7	0,3	0,20	0,6	67	15	4,47	0,20	0,67	67	22	3,05
F	8	6	0,3	0,04	0,1	13	15	0,87	0,20	0,45	67	22	3,05
MH2	9	5	0,9	0,08	0,2	8,9	15	0,59	0,10	0,29	11	22	0,50

Tableau 5 : Cobalt (µg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD $_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A-O	10	6	22	0,5	1	2,3	15	0,15	2	6	9,1	22	0,41
B-K	10	6	8	0,3	0,9	3,8	15	0,25	1	4	13	22	0,59
C-I	10	8	19	0,4	1	2,1	15	0,14	3	7	16	22	0,73
D-M	10	3	3	0,07	0,2	2,3	15	0,15	0,1	0,3	3,3	22	0,15
E-L	10	8	27	1	3	3,7	15	0,25	3	9	11	22	0,50
F-N	10	7	12	0,5	2	4,2	15	0,28	1	4	8,3	22	0,38
G-P	9	5	2	0,2	0,5	10	15	0,67	0,3	0,8	15	22	0,68
H-J	10	6	49	0,5	1	2,3	15	0,15	6	18	12	22	0,55

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

Tableau 6 : Cuivre (mg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD$_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A-O	10	8	1,1	0,013	0,040	1,2	10	0,12	0,11	0,32	10	16	0,63
B-K	10	8	0,21	0,006	0,020	2,9	13	0,22	0,021	0,060	10	20	0,50
C-I	10	7	0,74	0,009	0,030	1,2	10	0,12	0,046	0,13	6,2	17	0,36
D-M	10	8	0,14	0,007	0,020	5,0	14	0,36	0,015	0,043	11	22	0,50
E-L	10	9	1,7	0,061	0,17	3,6	7,8	0,5	0,16	0,46	9,0	15	0,60
F-N	10	7	0,16	0,006	0,020	3,8	14	0,27	0,029	0,083	18	21	0,86
G-P	9	4	0,042	0,004	0,010	9,5	15	0,63	0,006	0,017	14	22	0,64
H-J	10	7	2,1	0,018	0,050	0,86	9,5	0,09	0,24	0,69	11	14	0,79

Tableau 7 : Strontium (µg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD$_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A	12	11	1091	33	93	3,0	10	0,30	78	222	7,2	16	0,45
B	12	8	1139	66	188	5,8	10	0,58	69	195	6,1	16	0,38
C	12	9	328	6	18	1,8	13	0,14	19	54	5,8	19	0,31
D	12	10	313	7	20	2,2	13	0,17	22	61	7,0	19	0,37
E	12	10	1176	28	80	2,4	10	0,24	86	243	7,3	16	0,46
F	12	10	293	3	9	1,0	13	0,08	22	62	7,5	19	0,39
MH2	12	9	352	7	19	2,0	12	0,17	24	69	6,8	19	0,36

Tableau 8 : Fer (mg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD$_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A-O	10	6	3,2	0,017	0,05	0,53	8,9	0,06	0,23	0,66	7,2	13	0,55
B-K	10	6	1,5	0,085	0,24	5,7	9,9	0,58	0,11	0,31	7,3	15	0,49
C-I	10	5	2,1	0,036	0,10	1,7	9,4	0,18	0,18	0,51	8,6	14	0,61
D-M	10	5	3,1	0,033	0,094	1,1	8,9	0,12	0,29	0,83	9,4	14	0,67
E-L	10	5	4,3	0,120	0,34	2,8	8,5	0,33	0,29	0,83	6,7	13	0,52
F-N	10	6	1,1	0,051	0,15	4,6	10	0,46	0,16	0,46	15	16	0,94

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

G-P	9	6	0,83	0,024	0,07	2,9	11	0,26	0,14	0,40	17	16	1,06
H-J	10	7	7,8	0,180	0,52	2,3	7,8	0,29	1,2	3,52	15	12	1,25

Tableau 9 : Lithium (µg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD$_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A	11	10	34	2	5	5,9	15	0,39	4	11	11	22	0,50
B	11	11	42	3	8	7,1	15	0,47	4	12	10	22	0,45
C	11	11	47	1	4	2,1	15	0,14	5	13	9,8	22	0,45
D	11	11	18	1	4	5,6	15	0,37	2	7	14	22	0,64
E	11	11	25	1	3	4,0	15	0,27	3	9	12	22	0,55
F	11	9	9	0,3	1	3,8	15	0,25	0,6	2	7,2	22	0,33
MH2	11	7	22	1	3	4,6	15	0,31	1	3	5,3	22	0,24

Tableau 10 : Magnésium (mg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD$_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A	10	7	182	2,9	8,1	1,6	4,3	0,37	9,3	26	5,1	7,3	0,70
B	10	6	280	3,9	11	1,4	4,5	0,31	6,0	17	2,1	6,9	0,30
C	10	7	104	2,4	6,9	2,3	5,3	0,43	6,8	19,25	6,5	8,0	0,81
D	10	6	85	1,4	4,0	1,7	5,4	0,31	2,2	6,1	2,6	8,2	0,32
E	10	7	94	2,2	6,2	2,3	5,3	0,43	5,5	16	5,9	8,1	0,73
F	10	7	65	0,95	2,7	1,5	5,6	0,27	3,8	11	5,9	8,5	0,69
MH2	10	7	51	0,90	2,5	1,8	5,8	0,31	2,4	6,9	4,7	8,9	0,53

Tableau 11 : Manganèse (mg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD$_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A	11	10	1,3	0,014	0,040	1,1	10	0,11	0,13	0,37	10	15	0,67
B	11	9	1,8	0,14	0,40	7,8	9,7	0,80	0,20	0,56	11	15	0,73
C	11	8	1,5	0,028	0,080	1,9	9,9	0,19	0,084	0,24	5,6	15	0,37

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

D	11	8	1,0	0,035	0,10	3,5	11	0,32	0,049	0,14	4,9	16	0,31
E	11	9	0,84	0,019	0,050	2,3	11	0,21	0,057	0,16	6,8	16	0,43
F	11	9	0,59	0,015	0,040	2,5	11	0,23	0,031	0,090	5,3	17	0,31
MH2	11	8	0,52	0,029	0,080	5,6	12	0,47	0,037	0,10	7,1	18	0,39

Tableau 12 : Nickel (µg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD$_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A	11	10	40	2	6	5,0	15	0,33	5	13,90	13	22	0,59
B	12	10	194	7	20	3,6	14	0,26	17	48,96	8,8	21	0,42
C	12	8	148	4	10	2,7	14	0,19	5	15,12	3,4	21	0,16
D	12	8	157	4	12	2,6	14	0,19	8	23,10	5,1	21	0,24
E	11	8	15	0,6	2	4,0	15	0,27	1	3,33	6,7	22	0,30
F	12	9	66	1	4	1,5	15	0,10	4	10,58	6,1	22	0,28
MH2	11	7	71	5	14	7,0	15	0,47	4	11,41	5,6	22	0,25

Tableau 13 : Plomb (µg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD$_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A	12	9	59	1	4	1,7	15	0,11	3	9	5,1	22	0,23
B	12	10	109	2	6	1,8	15	0,12	8	23	7,3	22	0,33
C	12	9	136	3	9	2,2	14	0,16	13	37	9,6	22	0,44
D	12	9	119	2	6	1,7	15	0,11	5	13	4,2	22	0,19
E	12	10	13	1	3	7,7	15	0,51	1	4	7,7	22	0,35
F	12	9	92	1	4	1,1	15	0,07	4	11	4,4	22	0,20
MH2	12	10	13	1	3	7,7	15	0,51	1	3	7,7	22	0,35

Tableau 14 : Rubidium (µg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD$_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A	11	6	717	14	41	2,0	11	0,18	13	36	1,8	17	0,11

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

B	11	7	799	25	70	3,1	11	0,28	30	86	3,8	17	0,22
C	11	8	677	10	27	1,5	11	0,14	34	96	5,0	17	0,29
D	11	7	612	18	51	2,9	11	0,26	18	50	2,9	17	0,17
E	11	9	741	19	53	2,6	11	0,24	66	187	8,9	17	0,52
F	11	9	617	10	28	1,6	11	0,15	43	123	7,0	17	0,41
MH2	11	7	1128	10	28	0,89	10	0,09	64	181	5,7	16	0,36

Tableau 15 : Sodium (mg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD$_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A	10	9	19	0,59	1,7	3,1	6,8	0,46	2,2	5,7	12	10	1,20
B	10	9	20	1,3	3,6	6,5	6,7	0,97	2,2	6,3	11	10	1,10
C	10	7	28	0,33	0,93	1,2	6,4	0,19	1,9	5,4	6,8	9,7	0,70
D	10	8	11	0,24	0,68	2,2	7,4	0,30	1,1	3,0	10	11	0,91
E	10	8	9,8	0,19	0,53	1,9	7,5	0,25	0,89	2,5	9,1	11	0,83
F	10	8	6,1	0,093	0,26	1,5	8,1	0,19	0,74	2,1	12	12	1,00
MH2	10	8	24	1,8	5,0	7,5	6,6	1,14	2,6	7,2	11	9,9	1,11

Tableau 16 : Vanadium (µg/L)

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD$_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A	12	11	46	1	3	2,2	15	0,15	5	13	11	22	0,50
B	12	11	167	5	15	3,0	14	0,21	19	54	11	21	0,52
C	12	11	93	3	8	3,2	15	0,21	12	33	13	22	0,59
D	12	9	96	3	8	3,1	15	0,21	8	22	8,3	22	0,38
E	10	7	3	0,2	0,7	6,7	15	0,45	0,3	0,9	10	22	0,45
F	10	8	3	0,2	0,6	6,7	15	0,45	0,2	0,7	6,7	22	0,30
MH2	12	9	11	0,3	1	2,7	15	0,18	0,9	3	8,2	22	0,37

Tableau 17 : Zinc (µg/L)

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

ÉCHANTILLON	Nb. labos	Acceptés	Valeur assignée	Sr	r	RSD$_r$ (%)	Horwitz RSD$_r$ (%)	Horrat$_r$	SR	R	RSD$_R$ (%)	Horwitz RSD$_R$ (%)	Horrat$_R$
A	11	8	405	22	61	5,4	12	0,45	45	128	11	18	0,61
B	11	9	1327	49	138	3,7	10	0,37	152	429	11	15	0,73
C	11	9	990	14	41	1,4	11	0,13	86	243	8,7	16	0,54
D	11	9	1002	28	79	2,8	11	0,25	110	310	11	16	0,69
E	11	9	328	13	37	4,0	13	0,31	79	224	24	19	1,26
F	11	9	539	15	42	2,8	12	0,23	61	172	11	18	0,61
MH2	11	8	604	72	204	12	11	1,09	89	251	15	17	0,88

ANNEXE B : RÉSULTATS D'UNE VALIDATION INTERNE POUR L'ARSENIC

DOSAGE DE L'ARSENIC DANS LE VIN PAR SM-PCI CONFORMÉMENT À LA MÉTHODE OIV-OENO 344-2010 EN UTILISANT LE TELLURE COMME ÉTALON INTERNE

Les échantillons ont été préparés et analysés en double en 5 jours non consécutifs. Le dosage a été réalisé en utilisant 2 systèmes de SM-PCI différents.

Les échantillons ont été préparés conformément à la méthode OIV-OENO 344-2010, en diluant 1 mL de vin dans 20 mL d' HNO_3 à 3 %, aucun des échantillons n'ayant été soumis à une minéralisation préalable.

Étalon interne : Te, ajouté en ligne.

Résultats de la validation :

Produit	Valeur de référence (µg/L)	Résultat (µg/L)	Ajout (µg/L)	Recouvrement (%)	RSD$_r$%	**RSD$_R$%**
Vin rouge		< 5	10	101	3,27	8,1
			200	100	0,98	3,1
			1000	102	3,1	5,8

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023

Vin blanc		< 5	10	99	1,8	5,1
			200	102	2,8	4,7
			1000	101	2,2	5,8
Vin de liqueur		< 5	10	102	0,9	5,4
			200	104	1,4	5,2
			1000	103	1,1	4,4
Vin effervescent		< 5	10	101	3,2	6,8
			200	101	0,8	4,3
			1000	103	4,1	5,8
*Vin rouge (MRC) MAPA 2021	39,0 ± 2,17	39,77	N/A	102	3,8	1,1
*[1]Vin blanc (MRC) MAPA 2021	59,5 ± 3,7	58,16	N/A	98	2,0	1,9

* Matériel de référence certifié (MRC) de vin rouge produit, au travers d'un essai d'intercomparaison, par le ministère de l'Agriculture, de la pêche et de l'alimentation de l'Espagne (MAPA) en 2021.

*[1] Matériel de référence certifié (MRC) de vin blanc produit, au travers d'un essai d'intercomparaison, par le ministère de l'Agriculture, de la pêche et de l'alimentation de l'Espagne (MAPA) en 2021.

[1] Type II pour tous les éléments énumérés sauf l'arsenic. Type IV pour l'arsenic.

Exemplaire certifié conforme Jerez, 9 juin 2023
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2023