

## RESOLUTION OIV-OENO 566-2016

### BOISSONS AVEC UNE FAIBLE TENEUR EN ALCOOL - MISE A JOUR DE LA METHODE OIV-MA-AS312-01A

#### L'ASSEMBLÉE GÉNÉRALE

CONSIDERANT l'article 2, paragraphe 2 IV de la convention datée du 3 Avril, 2001, portant création de l'Organisation Internationale de la Vigne et du Vin,

CONSIDERANT les travaux de la Sous-commission Méthodes d'analyses dans sa session de mars 2014,

DECIDE sur proposition de la Commission II « Œnologie » de modifier la méthode OIV-MA-AS312-01A « Titre alcoométrique volumique » du « Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts »:

- DECIDE, Au paragraphe 3, « Obtention du distillat », ajouter un sous-paragraphe concernant les boissons avec une faible teneur en alcool, selon les modifications suivantes D'insérer au texte actuel du paragraphe 3.4 le sous-titre suivant : mode opératoire pour des boissons avec un TAV supérieur à 1,5 % vol. et de renuméroter ce paragraphe 3.4.1
- Ajouter le sous paragraphe 3.4.2 suivant :

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

Prélever à l'aide d'une fiole jaugée un volume de boisson de 200 mL. Noter la température de la boisson. Le verser dans le ballon de l'appareil à distiller ou dans le barboteur de l'appareil à entraînement à la vapeur d'eau. Rincer la fiole jaugée à quatre reprises avec 5 mL d'eau que l'on ajoute dans le ballon ou dans le barboteur.

Ajouter 10 mL de suspension d'hydroxyde de calcium 2 M et, dans le cas de la distillation, si cela est nécessaire, un régulateur d'ébullition (pierre ponce, etc...). Recueillir, dans une fiole jaugée de 100 mL, un volume de distillat égal environ à 75 mL dans le cas de la distillation ou de 98-99 mL dans le cas de l'entraînement à la vapeur d'eau. Compléter à 100 mL avec de l'eau distillée, le distillat étant à une température identique à la température initiale à  $\pm 2$  °C près. Mélanger avec précaution, par un mouvement circulaire.

- Dans les paragraphes 4A 4B 4C, ajouter au point « Expression des résultats » (3.1 pour le paragraphe 4A, 1.9 pour le paragraphe 4B, 1.7.6 pour le paragraphe 4C la

phrase suivante :

Le titre alcoométrique volumique de la boisson avec une faible teneur en alcool, dont le TAV est inférieur à 1,5 % vol., est égal à :

$TAV = TAVD / 2$ , étant TAVD le titre alcoométrique du distillat.

Il est exprimé en « % vol. ». Le résultat est donné avec deux décimales.

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

- Ajouter l'annexe concernant les paramètres de validation relatifs à la mesure du TAV des boissons avec une faible teneur en alcool:

## EN ANNEXE

### Validation

Ce document présente les résultats de l'étude de validation sur la méthode pour les boissons avec une faible teneur en alcool (mis à jour)

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

### 1. Echantillons

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

Les échantillons ont été adressés aux laboratoires participants en appliquant le principe du double aveugle.

## 2. Analyses

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

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

## 3. Laboratoires participants

19 laboratoires de différents pays ont participé :

|                                       |                     |                    |
|---------------------------------------|---------------------|--------------------|
| Laboratório CVRVV                     | 4050-501 Porto      | Portugal           |
| Laboratório de Análises da CVRA       | 7006-806 Évora      | Portugal           |
| Testing Laboratory CAFIA              | 603 00 BRNO         | République tchèque |
| Laboratório ASAE - LBPV               | 1649-038 Lisboa     | Portugal           |
| Agroscope - Site de Changins          | 1260 Nyon 1         | Suisse             |
| Labo SCL de Bordeaux                  | 33608 Pessac        | France             |
| Labo SCL de Montpellier               | 34196 Montpelllier  | France             |
| Laboratorio Arbitral Agroalimentario  | 28023 Madrid        | Espagne            |
| Estación Enológica de Haro            | 26200 Haro La Rioja | Espagne            |
| Instituto dos Vinho do Douro do Porto | Porto 4050-253      | Portugal           |

|  |                              |         |
|--|------------------------------|---------|
| IVICAM                                   | 13700 Tomelloso, Ciudad Real | Espagne |
| INCAVI                                   | 08720 Vilafranca del Penedès | Espagne |
| ICQRF Laboratorio di Conegliano/Susegana | 31058 SUSEGANA (TV)          | Italie  |
| ICQRF Laboratorio di Catania             | 95122 CATANIA                | Italie  |
| ICQRF Laboratorio di Modena              | 41100 Modena                 | Italie  |
| ICQRF laboratorio di Perugia             | 06128 Perugia                | Italie  |
| ICQRF laboratorio di Salerno             | 84098 Salerno                | Italie  |
| ICQRF Laboratorio centrale di Roma       | 00149 Roma                   | Italie  |
| Laboratoires DUBERNET                    | 11100 Narbonne               | France  |

## 4. Résultats

|             | Echantillon N° 1 |            | Echantillon N° 2 |             | Echantillon N° 3 |             | Echantillon N° 4 |            | Echantillon N° 5 |             | Echantillon N° 6 |             |
|-------------|------------------|------------|------------------|-------------|------------------|-------------|------------------|------------|------------------|-------------|------------------|-------------|
| Laboratoire | Position 2       | Position 7 | Position 4       | Position 11 | Position 6       | Position 12 | Position 5       | Position 8 | Position 9       | Position 10 | Position 1       | Position 3  |
| A           | 0,21             | 0,21       | 0,55             | 0,55        | 1,34             | 1,34        | 2,58             | 2,58       | 4,59             | 4,60        | 6,54             | 6,50        |
| B           | 0,11             | 0,14       | 0,49             | 0,50        | 1,32             | 1,38        | 2,60             | 2,57       | 4,68             | 4,72        | 6,52             | 6,55        |
| C           | 0,33             | 0,28       | 0,68             | 0,61        | 1,43             | 1,35        | 2,63             | 2,60       | 4,63             | 4,66        | 6,58             | 6,51        |
| D           |                  |            | 0,62             | 0,62        | 1,38             | 1,36        | 2,68             | 2,67       | 4,69             | 4,73        | 6,62             | 6,64        |
| E           | 0,20             | 0,21       | 0,55             | 0,56        | 1,36             | 1,40        | 2,61             | 2,62       | 4,67             | 4,68        | 6,56             | 6,55        |
| F           | 0,18             | 0,12       | 0,52             | 0,51        | 1,31             | 1,30        | 2,56             | 2,56       | 4,70             | 4,66        | 6,51             | 6,54        |
| G           | 0,22             | 0,22       | 0,55             | 0,56        | 1,37             | 1,37        | 2,62             | 2,62       | 4,68             | 4,68        | 6,58             | 6,57        |
| H           |                  |            | 0,41             | 0,42        | 1,25             | 1,27        | 2,46             | 2,49       | 4,57             | 4,56        | <b>6,39</b>      | <b>6,40</b> |
| I           | 0,20             | 0,13       | 0,54             | 0,48        | 1,32             | 1,28        | 2,60             | 2,58       | 4,62             | 4,62        | 6,57             | 6,55        |

|   |      |      |      |      |      |      |             |             |      |      |      |      |
|---|------|------|------|------|------|------|-------------|-------------|------|------|------|------|
| J | 0,24 | 0,24 | 0,58 | 0,60 | 1,41 | 1,37 | 2,63        | 2,63        | 4,69 | 4,67 | 6,55 | 6,55 |
| K | 0,22 | 0,22 | 0,56 | 0,55 | 1,35 | 1,35 | 2,63        | 2,63        | 4,67 | 4,68 | 6,59 | 6,58 |
| L | 0,22 | 0,23 | 0,56 | 0,57 | 1,38 | 1,36 | 2,63        | 2,61        | 4,66 | 4,67 | 6,56 | 6,57 |
| M | 0,18 | 0,18 | 0,53 | 0,53 | 1,33 | 1,29 |             |             | 4,66 | 4,65 | 6,53 | 6,52 |
| N | 0,22 | 0,23 | 0,56 | 0,57 | 1,38 | 1,41 | <b>2,26</b> | <b>2,61</b> | 4,67 | 4,67 | 6,51 | 6,57 |
| O | 0,12 | 0,19 | 0,53 | 0,52 | 1,33 | 1,33 | 2,64        | 2,62        | 4,67 | 4,67 | 6,51 | 6,55 |
| P | 0,25 | 0,25 | 0,57 | 0,58 | 1,39 | 1,41 | 2,66        | 2,65        | 4,70 | 4,68 | 6,62 | 6,62 |
| Q | 0,22 | 0,20 | 0,55 | 0,59 | 1,34 | 1,33 | 2,61        | 2,63        | 4,65 | 4,63 | 6,52 | 6,54 |
| R | 0,21 | 0,21 | 0,55 | 0,52 | 1,29 | 1,28 | 2,52        | 2,55        | 4,62 | 4,56 | 6,50 | 6,53 |
| S | 0,18 | 0,17 | 0,41 | 0,42 | 1,38 | 1,37 | 2,61        | 2,58        | 4,63 | 4,58 | 6,51 | 6,48 |

Tableau des résultats obtenus pour une distillation de 200 mL avec volume de récupération de 200 mL Les valeurs en gras correspondent aux valeurs rejetées conformément aux tests de Cochran (variance aberrante) au niveau de rejet de 2,5% (test unilatéral) et de Grubbs (moyennes aberrantes) au niveau de rejet de 2,5% (test bilatéral).

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

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

|   |             |             |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|---|-------------|-------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| O | <b>0,19</b> | <b>0,25</b> | 0,57 | 0,57 | 1,39 | 1,39 | 2,63 | 2,64 | 4,66 | 4,66 | 6,57 | 6,57 |
| P | 0,25        | 0,26        | 0,57 | 0,57 | 1,36 | 1,36 | 2,58 | 2,56 | 4,54 | 4,53 | 6,34 | 6,38 |
| Q | 0,24        | 0,24        | 0,57 | 0,57 | 1,38 | 1,38 | 2,63 | 2,62 | 4,66 | 4,67 | 6,56 | 6,56 |
| R | 0,23        | 0,23        | 0,54 | 0,55 | 1,32 | 1,30 | 2,54 | 2,56 | 4,56 | 4,52 | 6,40 | 6,35 |
| S | 0,27        | 0,26        | 0,55 | 0,57 | 1,34 | 1,34 | 2,46 | 2,43 | 4,53 | 4,51 | 6,36 | 6,36 |

Tableau des résultats obtenus pour une distillation de 200 mL avec volume de récupération de 100 mL. Les valeurs en gras correspondent aux valeurs rejetées conformément aux tests de Cochran (variance aberrante) au niveau de rejet de 2,5% (test unilatéral) et de Grubbs (moyennes aberrantes) au niveau de rejet de 2,5% (test bilatéral).

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

|                                 | Echantillon<br>1 | Echantillon<br>2 | Echantillon<br>3 | Echantillon<br>4 | Echantillon<br>5 | Echantillon<br>6 |
|---------------------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| Nb de laboratoires<br>retenus   | 17               | 19               | 19               | 17               | 19               | 18               |
| Nb de répétitions               | 2                | 2                | 2                | 2                | 2                | 2                |
| Minimum                         | 0,11             | 0,41             | 1,25             | 2,46             | 4,56             | 6,48             |
| Maximum                         | 0,33             | 0,68             | 1,43             | 2,68             | 4,73             | 6,64             |
| Moyenne globale                 | 0,20             | 0,54             | 1,35             | 2,60             | 4,65             | 6,55             |
| Variance de<br>répétabilité     | 0,00052          | 0,00033          | 0,00050          | 0,00019          | 0,00036          | 0,00047          |
| Variance de<br>reproductibilité | 0,00211          | 0,00345          | 0,00190          | 0,00229          | 0,00181          | 0,00147          |
| Ecartype<br>interlaboratoire    | 0,043            | 0,057            | 0,041            | 0,047            | 0,040            | 0,035            |
| Ecartype de<br>répétabilité     | 0,02             | 0,02             | 0,02             | 0,01             | 0,02             | 0,02             |
| Limite r                        | 0,06             | 0,05             | 0,06             | 0,04             | 0,05             | 0,061            |

|                              |       |       |       |       |       |       |
|------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| CV répétabilité              | 11,1  | 3,3   | 1,7   | 0,5   | 0,4   | 0,3   |
| Ecartype de reproductibilité | 0,046 | 0,059 | 0,044 | 0,048 | 0,043 | 0,038 |
| Limite R                     | 0,130 | 0,166 | 0,123 | 0,135 | 0,120 | 0,109 |
| CV reproductibilité          | 22,5  | 10,9  | 3,2   | 1,8   | 0,9   | 0,6   |
| Horwitz RSDr                 | 3,36  | 2,90  | 2,52  | 2,29  | 2,09  | 1,99  |
| Horrat r                     | 3,3   | 1,1   | 0,7   | 0,2   | 0,2   | 0,2   |
| Horwitz RSDR                 | 5,10  | 4,39  | 3,82  | 3,46  | 3,17  | 3,01  |
| Horrat R                     | 4,4   | 2,5   | 0,8   | 0,5   | 0,3   | 0,2   |

Tableau : Données obtenues pour un distillat de 200 mL à partir de 200 mL d'échantillon.

|                              | Echantillon 1 | Echantillon 2 | Echantillon 3 | Echantillon 4 | Echantillon 5 | Echantillon 6 |
|------------------------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Nb de laboratoires retenus   | 16            | 15            | 18            | 17            | 17            | 17            |
| Nb de répétitions            | 2             | 2             | 2             | 2             | 2             | 2             |
| Minimum                      | 0,17          | 0,52          | 1,27          | 2,41          | 4,30          | 6,01          |
| Maximum                      | 0,29          | 0,63          | 1,43          | 2,66          | 4,69          | 6,59          |
| Moyenne globale              | 0,24          | 0,56          | 1,35          | 2,56          | 4,55          | 6,38          |
| Variance de répétabilité     | 0,00006       | 0,00003       | 0,00016       | 0,00050       | 0,00039       | 0,00135       |
| Ecartype interlaboratoire    | 0,03209       | 0,02496       | 0,03752       | 0,07013       | 0,12167       | 0,17621       |
| Variance de reproductibilité | 0,001         | 0,001         | 0,001         | 0,005         | 0,015         | 0,031         |
| Ecartype de répétabilité     | 0,01          | 0,01          | 0,01          | 0,02          | 0,02          | 0,04          |

|                              |       |       |       |       |       |       |
|------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Limite r                     | 0,02  | 0,02  | 0,04  | 0,06  | 0,06  | 0,104 |
| CV répétabilité              | 3,2   | 1,0   | 0,9   | 0,9   | 0,4   | 0,6   |
| Ecartype de reproductibilité | 0,033 | 0,025 | 0,039 | 0,072 | 0,122 | 0,178 |
| Limite R                     | 0,092 | 0,071 | 0,109 | 0,203 | 0,347 | 0,504 |
| CV reproductibilité          | 13,8  | 4,5   | 2,9   | 2,8   | 2,7   | 2,8   |
| Horwitz RSDr                 | 3,27  | 2,88  | 2,52  | 2,29  | 2,10  | 2,00  |
| Horrat r                     | 1,0   | 0,4   | 0,4   | 0,4   | 0,2   | 0,3   |
| Horwitz RSDR                 | 4,96  | 4,36  | 3,82  | 3,47  | 3,18  | 3,03  |
| Horrat R                     | 2,8   | 1,0   | 0,8   | 0,8   | 0,9   | 0,9   |

Données obtenues pour un distillat de 100 mL à partir de 200 mL d'échantillon