RÉSOLUTION OIV-OENO 512-2014

DÉTERMINATION DU RAPPORT ISOTOPIQUE $^{13}C/^{12}C$ DU CO_2 DANS LES VINS MOUSSEUX : MÉTHODE EMPLOYANT LA SPECTROMÉTRIE DE MASSE À RAPPORT ISOTOPIQUE (IRMS) - MODIFICATION

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,

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

CONSIDERANT la résolution Oeno 7/2005 (Méthode OIV-MA-AS314-03) «Détermination du rapport isotopique $^{13}C/^{12}C$ du CO_2 dans les vins mousseux Méthode employant la spectrométrie de masse de rapport isotopique (SMRI) » figurant dans le Recueil dés méthodes Internationales d'analyse des vins et des moûts,

DECIDE de modifier la méthode OIV-MA-AS314-03, par le changement du paragraphe 6: Appareillage, et du sous-paragraphe 7.1 : procédures d'échantillonnage du CO_2, comme suit

Au paragraphe 6 : Appareillage, à la fin du sous-paragraphe « -Systèmes à flux continu (CF-SMRI) », sera ajouté :

- Gaz Sampler-IRMS. Un dispositif périphérique peut être utilisé pour la préparation de gaz en ligne, l'isolement du CO_2 et l'introduction de CO_2 dans le spectromètre de masse de rapport isotopique.

Au sous-paragraphe 7.1 : procédures d'échantillonnage du CO_2, seront ajoutés les points « d » et « e » :

d. L'échantillon est réfrigéré à 4-5 °C, le liquide est ensuite rapidement transféré dans un flacon et scellé avec un bouchon à septum téflon-silicone. Puis 50 ¤L de liquide est transféré dans un flacon de 10 ml et analysé. Si nécessaire, le flacon doit être rempli avec de l'hélium afin d'éliminer le CO_2 atmosphérique.

e. Après réfrigération de l'échantillon, la bouteille est ouverte à température ambiante et 200 µL de liquide sont prélevés à l'aide d'une pipette et placés dans les flacons adaptés. Les flacons sont immédiatement refermés puis passés 10 min dans un bain à ultra son avant l'analyse.

Exemplaire certifié conforme Mendoza, 14 novembre 2014
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2014

Les résultats statistiques de l'essai inter-laboratoires pour les procédures d'échantillonnage 7.1.d et 7.1.e sont donnés en ANNEXE E

Au sous-paragraphe 9 (Précision) les propositions ci-dessous sont ajoutées :

9. Précision

L'essai inter-laboratoires sur la précision de la méthode est spécifié dans les Annexes D **et E.**

Au sous-paragraphe 9.1 (Répétabilité) :

9.1. Répétabilité

9.1.1 Caractéristiques de la procédure d'échantillonnage 7.1.a-c

S_r = 0,21 ‰

r = 0,58 ‰

9.1.2 Caractéristiques de la procédure d'échantillonnage 7.1.d et 7.1.e

S_r = 0,21 ‰

r = 0,56 ‰

Au sous-paragraphe 9.2 (Reproductibilité)à:

9.2 Reproductibilité

9.2.1 Caractéristiques de la procédure d'échantillonnage 7.1.d et 7.1.e

S_R = 0,68‰

R= 1,91‰

Annexes (A, B, C, D, E)

L'annexe E est ajoutée à la méthode :

ANNEXE E

Résultats statistiques de l'essai inter-laboratoires des vins mousseux et gazéifiés

Procédure d'échantillonnage 7.1.d et 7.1.e

Conformément à **OIV-MA-AS1-09 : R2000** les paramètres suivants ont été définis dans le cadre d'un essai inter-laboratoires conduit avec 16 laboratoires.

Année de l'essai inter-laboratoires : 2013-2014

Nombre de laboratoires : 16

Exemplaire certifié conforme Mendoza, 14 novembre 2014
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2014

Type d'échantillons : Vins mousseux et gazéifiés
Nombre d'échantillons : 3, en double aveugle

Paramètre mesuré : $\delta^{13}C$

INDICATEURS	VIN N°1	VIN N°2	VIN N°3
Nombre de laboratories	16	14	16
Nombre de répétitions	2	2	2
Minimum	-32,90	-33,10	-23,64
Maximum	-29,83	-30,97	-20,57
Variance de répétabilité s_r^2	0,0467	0,0118	0,0648
Variance intergroupe s_L^2	0,43853	0,29762	0,51616
Variance de réproductibilité s_R^2	0,4852	0,3094	0,5810
Moyenne générale	-31,42	-31,83	-22,15
Ecart-type de repetabilité	0,22	0,11	0,25
Limite r	0,612	0,307	0,720
Ecart-type de réproductibilité	0,70	0,56	0,76
Limite R	1,971	1,574	2,157

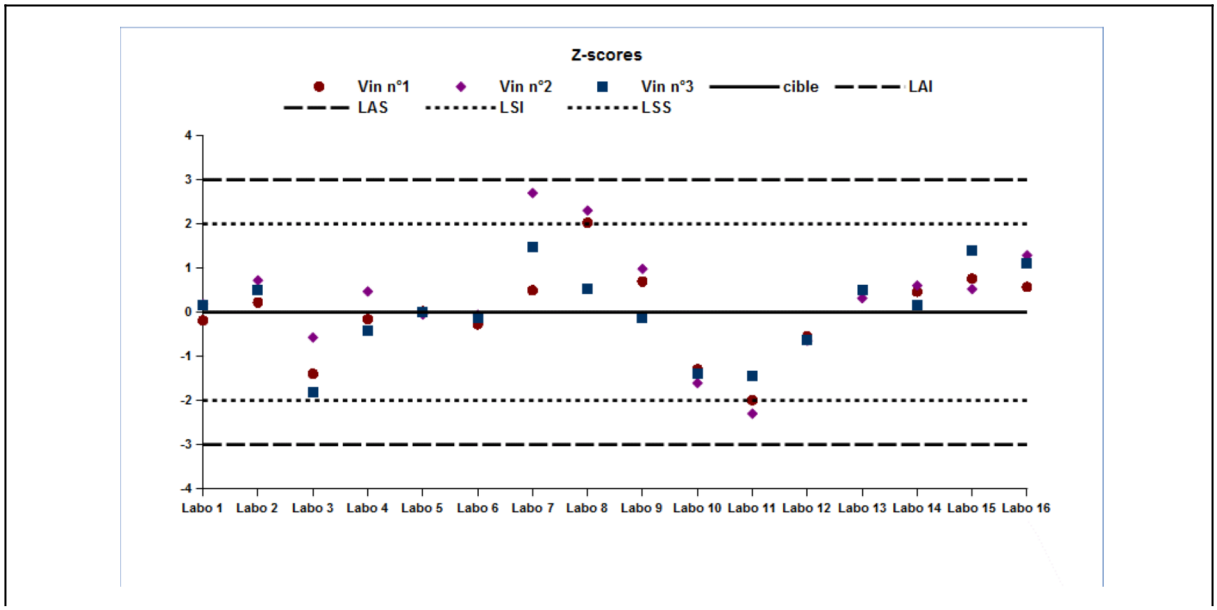
Exemplaire certifié conforme Mendoza, 14 novembre 2014
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2014

	Vin N°1		Vin N°2		Vin N°3		Z-score	Z-score	Z-score
Code du Laboratoire	A	B	A	B	A	B	Vin N°1	Vin N°2	Vin N°3
Labo 1	-31,40	-31,69	-31,56	-31,88	-21,93	-22,12	-0,18	-0,19	0,16
Labo 2	-31,23	-31,29	-31,43	-31,41	-21,46	-22,04	0,23	-0,73	0,52
Labo 3	-32,65	-32,12	-32,15	-32,13	-23,41	-23,64	-1,39	-0,56	-1,81
Labo 4	-31,55	-31,50	-31,46	-31,66	-22,40	-22,54	-0,15	0,48	-0,42
Labo 5	-31,50	-31,30	-31,80	-31,90	-22,00	-22,30	0,03	-0,04	0,00
Labo 6	-31,46	-31,75	-31,96	-31,75	-22,39	-22,10	-0,27	-0,05	-0,13
Labo 7	-31,48	-30,66	-31,29	-29,35	-21,47	-20,57	0,50	2,71	1,48
Labo 8	-29,83	-30,17	-29,73	-31,35	-21,50	-21,96	2,04	2,31	0,55
Labo 9	-30,96	-30,90	-31,34	-31,21	-22,22	-22,27	0,70	0,99	-0,13
Labo 10	-32,34	-32,29	-32,68	-32,75	-23,25	-23,14	-1,29	-1,60	-1,37
Labo 11	-32,90	-32,70	-33,10	-33,10	-23,00	-23,50	-1,98	-2,29	-1,45
Labo 12	-31,91	-31,68	-32,22	-32,14	-22,58	-22,66	-0,54	-0,63	-0,62
Labo 13	-31,03	-31,10	-31,61	-31,68	-21,78	-21,74	0,51	0,33	0,51
Labo 14	-31,25	-30,93	-31,43	-31,54	-22,01	-22,02	0,57	0,62	0,17
Labo 15	-30,89	-30,88	-31,59	-31,47	-21,08	-21,07	0,76	0,53	1,41
Labo 16	-31,05	-30,98	-31,24	-30,97	-21,090	-21,490	0,58	1,30	1,13

Exemplaire certifié conforme Mendoza, 14 novembre 2014
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2014



Bibliographie

1. Ana I. Cabañero, Tamar San-Hipólito and Mercedes Rupérez, GasBench/isotope ratio mass spectrometry: a carbon isotope approach to detect exogenous CO_2 in sparkling drinks Rapid Commun. Mass Spectrom. 2007; 21: 3323–3328.
2. Laetitia Gaillard, Francois Guyon⁄, Marie-Hélène Salagoïty, Bernard Médina, Authenticity of carbon dioxide bubbles in French ciders through multiflow-isotope ratio mass spectrometry measurements. Food Chemistry. 2013, 141: 2103–2107.

Exemplaire certifié conforme Mendoza, 14 novembre 2014
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Jean-Marie AURAND

© OIV 2014