RÉSOLUTION OIV-OENO 437-2012

MISE À JOUR DE LA MÉTHODE DE DÉTERMINATION DE LA MASSE VOLUMIQUE DU VIN (MÉTHODE OIV-MA-AS2-01A)

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 »,

CONSIDÉRANT la méthode relative à la détermination de la masse volumique et de la densité relative à 20°C (MÉTHODE OIV-MA-AS2-01A) du vin mise à jour en 2009,

COMPTE TENU des études présentées à la Sous-commission « Méthodes d'analyse »,

DÉCIDE de : modifier le point 2, d'introduire la détermination par densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion (point 5) et de remplacer le point 5.2 par le point 6 dans la méthode d'analyse AS2-01A, de type I, figurant à l'Annexe A du Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts, de la façon suivante :

Titre	Type de la méthode
MASSE VOLUMIQUE ET DENSITÉ RELATIVE À 20°C (MÉTHODE OIV-MA-AS2-01A)	I

2. Principe des méthodes

La masse volumique et la densité relative à 20 °C sont déterminées sur l'échantillon pour essai :

A : Soit par pycnométrie,

B : Soit par densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion

C : Soit par densimétrie utilisant la balance hydrostatique

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

$\rho_{20} = \rho'_{20} - 0.0006 \times S$

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2012

ρ_{20} = masse volumique corrigée

ρ'_{20} = masse volumique observée

S = dioxyde de soufre total en g/l

5. Masse volumique à 20 °C et densité relative à 20 °C mesurées par densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion

5.1 Principe

La masse volumique du vin 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 :

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

□ = 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, □ = 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.

5.2. Appareillage

5.2.1. 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,

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2012

- Une horloge,
- Un afficheur numérique et éventuellement un calculateur.

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

5.3. Réactifs et produits

5.3.1 Fluides de référence

Deux fluides de référence servent à ajuster le densimètre. Les masses volumiques des fluides de référence doivent inclure celles des vins à mesurer. Un écart de masse volumique entre les fluides de référence supérieur à 0,01000 g/ml est recommandé. Leur masse volumique doit être connue avec une incertitude inférieure à +/- 0,00005 g/ml, pour une température de 20,00 +/- 0,05 °C.
Les fluides de référence pour la mesure de la masse volumique des vins par densimètre électronique, sont :

- L'air sec (non pollué)
- L'eau bi-distillée ou de pureté analytique équivalente,
- Des solutions hydroalcooliques ou des vins de masse volumique déterminée par pycnométrie,
- Des solutions raccordées aux étalons nationaux de viscosité inférieure à 2 mm^2/s.

5.3.2 Produits de nettoyage et de séchage

- Détergents, acides, etc.
- Solvants organiques : éthanol 96 % vol., acétone pure, etc.

5.4 Contrôle et calibration de l'appareil

5.4.1 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 +/- 0,02 °C.

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2012

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 g/ml à 20°C et de 0,98447 g/ml à 21°C, soit un écart de 0,00024 g/ml.

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 +/- 0,07°C.

5.4.2 Calibration de l'appareil

L'appareil doit être calibré avant sa première utilisation, puis tous les six mois 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. (2)). Pour la réalisation de la calibration, se référer au mode d'emploi de l'appareil. En principe cette calibration est effectuée avec de l'air sec (tenir compte de la pression atmosphérique) et de l'eau très pure (bi-distillée et/ou microfiltrée de résistivité très élevée, par exemple > 18 M□.cm).

5.4.3 Vérification de la calibration

Pour vérifier la calibration, on mesure la masse volumique des fluides de référence.

Chaque jour, 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/ml 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/ml, 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 vins analysés.

5.4.4 Contrôle

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

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2012

5.5 Mode opératoire

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

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).

5.6 Paramètres de précision de la méthode de mesure de la masse volumique par le résonateur de flexion

n	3800
min	0,99187
max	1,01233
r	0.00011
r%	0.011
s_r	0,000038
R	0,00025
s_R	0,000091
R%	0,025

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

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2012

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

R : reproductibilité

s_R : écart-type de reproductibilité

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

6 Masse volumique à 20 °C et densité relative à 20 °C mesurées par la balance hydrostatique

6.1 Principe

La masse volumique des vins 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.

6.2 Appareillage et matériel

Appareillage de laboratoire courant, et notamment :

6.2.1. Balance hydrostatique monoplateau d'une sensibilité de 1 mg.

6.2.2. 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.

6.2.3 . 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.

6.2.4. Thermomètre (ou sonde de mesure de la température) gradué en degrés et dixièmes de degré, de 10 à 40 °C, étalonné à ± 0,06 °C près.

6.2.5. Poids étalonnés par un organisme de certification reconnu.

6.3 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau au minimum de classe 3, répondant à la définition de la norme ISO 3696:1987.

6.3.1. 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

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2012

volume à l'aide d'éthanol à 96 % vol.

6.4 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.

6.4.1 Étalonnage de la balance

Bien que les balances soient généralement pourvues d'un système d'étalonnage interne, la balance hydrostatique doit pouvoir être étalonnée avec des poids contrôlés par un organisme de certification officiel.

6.4.2 Étalonnage du flotteur

Remplir l'éprouvette cylindrique jusqu'au repère avec de l'eau bidistillée (ou d'une pureté équivalente, par exemple de l'eau microfiltrée d'une conductivité de 18,2 M□.cm), 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.

6.4.3. 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 (□ t)

6.4.4. Si nécessaire, corriger □ à l'aide de la table des masses □ t des mélanges hydroalcooliques [table II de l'annexe II du recueil des méthodes d'analyse de l'OIV.

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

Remarque 2 : cette solution de masse volumique connue peut également remplacer l'eau bidistillée pour l'étalonnage du flotteur.

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2012

6.4.5. Mesure de la masse volumique d'un vin

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

Plonger le flotteur et le thermomètre dans le liquide, agiter, lire la masse volumique du liquide sur l'appareil. Noter la température si la masse volumique est mesurée à t °C (□ t).

Corriger □ à l'aide de la table des masses □ t des mélanges hydroalcooliques [table II de l'annexe II du recueil des méthodes d'analyse de l'OIV].

6.4.6 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.

6.5 Paramètres de précision pour la mesure de la masse volumique par la balance hydrostatique

n	4347
min	0,99189
max	1,01229
r	0,00025
s_r	0,000090
r%	0,025
R	0,00067
s_R	0,00024
R%	0,067

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2012

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 (s_r x 100 / valeur moyenne)

R : reproductibilité

s_R : écart-type de reproductibilité

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

6.6 Comparaison des résultats pour les méthodes de mesure de la masse volumique par le résonateur de flexion et la balance hydrostatique

À partir d'échantillons dont la masse volumique est comprise entre 0,992 et 1,012 g/ml, 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.

6.6.1 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.

6.6.2 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.

6.6.3 Appareils

6.6.3.1. Une balance hydrostatique électronique (dont la précision permet de donner la 5ème décimale), si possible équipée d'un appareil de traitement de données.

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2012

6.6.3.2. Un densimètre électronique, équipé si possible d'un échantillonneur automatique.

6.6.4. Analyses

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

6.6.5 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.

6.6.6 Evaluations des résultats

6.6.6.1. 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).

6.6.6.2. 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 :

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2012

HoR = RSDR(mesurée)/RSDR(Horwitz)

6.6.6.3 Précision inter laboratoires

Une valeur Horrat de 1 indique normalement une précision inter laboratoires satisfaisante, alors qu'une valeur supérieure à 2 indique normalement une précision non satisfaisante, i.e. une précision 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 précision intra laboratoire en utilisant l'approximation suivante :

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

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

6.6.6.4 Paramètres de précision

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

Tableau 1 : Balance hydrostatique (BH)

Échantillon	Moyenne	Valeurs totales	Valeurs 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

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2012

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 : Densimètre électronique (DE)

Échantillon	Moyenne	Valeurs totales	Valeurs retenues	répétabilité	s_r	RSDr	Hor	Reproductibilité	s_R	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

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2012

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	Δ(Bi-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

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2012

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	Δ(Bi-DE)	-0,0000162
						écart-type.	Δ(Bi-DE)	0,0000447

Tableau 4: Paramètres de précision

	balance hydrostatique (BH)	*densimétrie électronique (DE)*
n° valeurs retenues	4347	3800
min	0,99189	0,99187

© OIV 2012

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

max	1,01229	1,01233
R	0,00067	0,00025
s_R	0,00024	0,000091
R%	0,067	0,025
r	0,00025	0,00011
s_r	0,000090	0,000038
r%	0,025	0,011

© OIV 2012

Exemplaire certifié conforme Izmir, 22 juin 2012
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI