

RÉSOLUTION OENO 24/2003

MESURE DU TITRE ALCOOMETRIQUE VOLUMIQUE DES VINS PAR DENSIMETRIE UTILISANT LA BALANCE HYDROSTATIQUE

L'ASSEMBLEE GENERALE,

VU l'article 5 de la Convention Internationale d'unification des méthodes d'analyse et d'appréciation des vins du 13 octobre 1954,

sur proposition de la Sous-commission des méthodes d'analyse et d'appréciation des vins.

DECIDE

DE COMPLÉTER et de substituer dans l'Annexe A du Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse, la méthode : "Mesure du titre alcoométrique volumique des vins par densimétrie utilisant la balance hydrostatique" par la méthode suivante.

1. MÉTHODE DE MESURE

1.1. Titre et introduction

Le titre alcoométrique volumique (TAV) des vins doit être mesuré avant leur commercialisation notamment pour la conformité aux règles d'étiquetage.

Le titre alcoométrique volumique est égal au nombre de litres d'éthanol contenus dans 100 litres de vin, ces volumes étant tous deux mesurés à la température de 20 °C. Son symbole est "% vol."

1.2. Précaution de sécurité

Respecter les consignes de sécurité relatives à l'utilisation des appareils de distillation, à la manipulation des solutions hydroalcooliques et des produits de nettoyage.

1.3. Objet et domaine d'application

La méthode de mesure décrite est la densimétrie utilisant une balance hydrostatique. En référence aux dispositions réglementaires en vigueur, la température d'essai est arrêtée à 20°C.

1.4. Principe et définitions

Le principe de la méthode consiste premièrement à distiller le vin de volume à volume.

La méthode de distillation est décrite dans le présent Recueil. Cette distillation permet d'éliminer les substances non volatiles. Les homologues de l'éthanol, ainsi que l'éthanol engagés dans des liaisons esters, sont compris dans le titre alcoométrique, car ils se retrouvent dans le distillat.

Dans un deuxième temps on mesure la masse volumique du distillat obtenu. La masse volumique d'un liquide à une température donnée est égale au quotient de sa masse sur son volume: $\rho=m/V$, pour un vin, elle s'exprime en g/ml .

Le titre alcoométrique des vins peut être mesuré par densimétrie sur 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.

1.5. Réactifs

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

1.5.1. *Solution de lavage du flotteur (hydroxyde de sodium, 30 % m/v).*

A. 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.

1.6. Appareillage et matériel

Appareillage courant de laboratoire et notamment :

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

1.6.2. 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.

1.6.3. 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.

1.6.4. Thermomètre (ou sonde de mesure de la température) gradué en degrés et dixièmes de degré, de 10 à 40 °C, étalonné à $\pm 0,05$ °C près.

1.6.5. Poids étalonnés par un organisme de certification reconnu.

1.7. 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 dès que l'appareil a atteint sa stabilité afin de limiter les pertes d'alcool par évaporation.

1.7.1. 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.

1.7.2. Étalonnage du flotteur

1.7.2.1. 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 Ω /cm), dont la température sera comprise entre 15 et 25 °C, mais se situera de préférence à 20 °C.

1.7.2.2. 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.

1.7.3. Contrôle à l'aide d'une solution hydroalcoolique

1.7.3.1. Remplir l'éprouvette cylindrique jusqu'au repère avec un mélange hydroalcoolique de titre connu, dont la température sera comprise entre 15 et 25 °C, mais se situera de préférence à 20 °C.

1.7.3.2. Plonger le flotteur et le thermomètre dans le liquide, agiter, lire la masse volumique du liquide sur l'appareil (ou le titre alcoométrique si ce dernier le permet). Le titre alcoométrique ainsi établi doit être égal au titre alcoométrique précédemment déterminé.

Remarque 2: Cette solution de titre alcoométrique connu peut également remplacer l'eau bidistillée pour l'étalonnage du flotteur.

1.7.4. Mesure de la masse volumique d'un distillat (ou de son titre alcoométrique si l'appareillage le permet)

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

1.7.4.2. Plonger le flotteur et le thermomètre dans le liquide, agiter, lire la masse volumique du liquide sur l'appareil (ou le titre alcoométrique si ce dernier le permet). Noter la température si la masse volumique est mesurée à t °C (ρ_t).

1.7.4.3. Corriger ρ_t à l'aide de la table des masses ρ_t des mélanges hydroalcooliques [table II de l'annexe II du recueil des méthodes d'analyse de l'OIV].

1.7.4. Nettoyage du flotteur et de l'éprouvette cylindrique.

1.7.5.1. Plonger le flotteur dans la solution de lavage versée dans l'éprouvette.

1.7.5.2. Laisser tremper une heure en tournant le flotteur régulièrement.

1.7.5.3. Rincer abondamment à l'eau du robinet, puis à l'eau distillée.

1.7.5.4. 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.

1.7.6. Résultat

À l'aide de la masse volumique ρ_{20} , calculer le titre alcoométrique volumique réel en utilisant la table indiquant la valeur du titre alcoométrique volumique (% vol.) à 20 °C en fonction de la masse volumique à 20 °C des mélanges hydroalcooliques. Il s'agit de la table internationale adoptée par l'Organisation internationale de métrologie légale dans sa recommandation no 22.

2. Comparaison des mesures effectuées

A l'aide de la balance hydrostatique avec celles obtenues par densimétrie électronique (Méthode de référence OIV, Annexe A du Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse)

A partir d'échantillons dont le titre alcoométrique est compris entre 4 % vol. et 18 % vol., il a été procédé à la mesure de la répétabilité et de la reproductibilité après un essai inter-laboratoire. Il s'agit d'une comparaison des mesures du titre alcoométrique de différents échantillons par la balance hydrostatique et par le densimètre électronique, incluant les valeurs de répétabilité et de reproductibilité dérivées des essais d'intercomparaison pluri-annuels effectués sur une grande échelle.

2.1. Échantillons:

Il s'agit de vins de différentes densités 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.

2.2. Laboratoires:

Laboratoires participant aux essais mensuels organisés par Unione Italiana Vini Verona, Italy) 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 (J. AOAC Intern., 1993, 74/4) et d'après les lignes directrices ISO 43 and ILAC G13. Un rapport annuel est fourni par la société citée à tous les participants.

2.3. Appareils:

2.3.1. Une balance hydrostatique électronique (dont la précision permet de donner la 5ème décimale de la densité) et éventuellement équipée d'un appareil de traitement de données.

2.3.2. Un densimètre électronique éventuellement équipé d'un passeur automatique d'échantillon.

2.4. Analyses

D'après les règles de validation des méthodes (résolution OENO 6/99), chaque échantillon est analysés deux fois consécutives pour la détermination du titre alcoométrique.

2.5. Résultats

Le Tableau 1 montre les résultats de mesure obtenus par les laboratoires utilisant une balance hydrostatique.

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

2.6. Evaluations des résultats

2.6.1. 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 décrites dans le « Protocol international for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies » *Ed W Horwitz, Pure and Applied Chemistry, 1995, 67, (2), 331-343.*

2.6.2. 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, donc pour comparer les données de précision obtenues lors des essais collaboratifs on se réfère 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 indique si la méthode est suffisamment précise pour le niveau d'analyte mesuré. La valeur prédite d'Horwitz est calculée par la formule d'Horwitz

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

ou C = concentration mesurée d'analyte exprimée en décimales (e.g. 1 g/100 g = 0,01) [Horwitz, W., *Analytical Chemistry*, 1982, 54, 67A-76A.].

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:

- $Ho_R = RSD_R(\text{mesuré})/RSD_R(\text{Horwitz})$

2.6.3. Précision interlaboratoire

Une valeur Horrat de 1 indique normalement une précision inter-laboratoire 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. Ho_r est aussi calculé et utilisé pour déterminer la précision intra-laboratoire en utilisant l'approximation suivante:

$RSD_r(\text{Horwitz}) = 0,66 RSD_R(\text{Horwitz})$ (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. En dehors de l'échantillon 2000/3 qui a un titre alcoométrique très faible et pour lequel les deux techniques montrent une faible reproductibilité, une bonne concordance est observée pour les autres échantillons.

2.6.4. 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 1999 et mai 2001.

En particulier:

Répétabilité (r)= 0,074 (% vol.) pour la balance hydrostatique et 0,061 (% vol.) pour la densimétrie électronique;

Reproductibilité (R)= 0,229 (% vol.) pour la balance hydrostatique et 0,174 (% vol.) pour la densimétrie électronique, cette dernière valeur est concordante avec la valeur estimée pour la densimétrie électronique figurant au Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse de l'OIV.

2.7. Conclusion

Les résultats concernant la détermination du titre alcoométrique d'une large gamme de vins montrent que les mesures effectuées avec la balance hydrostatique sont concordantes avec celles effectuées par densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion et que les valeurs des paramètres de validation sont proches pour les deux méthodes.

Bibliographie

1. F.V. n. 1096; Cabanis Marie-Thérèse., Cassanas Geneviève, Raffy Joëlle, Cabanis J.C., 1999: Validation de la mesure du titre alcoométrique volumique;
2. Cabanis Marie-Thérèse., Cassanas Geneviève, Raffy Joëlle, Cabanis J.C., 1999: Intérêt de la balance hydrostatique "nouvelle génération" pour la détermination du titre alcoométrique des vins et des boissons spiritueuses. Rev. Franç. Œnol., 177/juillet-août, 28-31;
3. Versini G., Larcher R., 2002: Comparison of wine density and alcoholic strength measurement by hydrostatic balance and electronic density-meter. Communication at the OIV Sub-commission of analytical methods, Paris, 13-15 March 2002
4. OIV, Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts, Office International de la Vigne et du Vin; Paris;
5. 'International Protocol of Proficiency test for chemical analysis laboratories', J. AOAC Intern., 1993, 74/4
6. normes ISO 5725 et guides ISO 43;
7. OIV Resolution OENO 6/1999;
8. Horwitz W., 1995. Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies, Pure and Applied Chemistry, 67/2, 331-343.

Légende :

1. : moyenne: moyenne des données utilisée dans les analyses statistiques
2. n : nombre total des groupes de données soumis
3. nc : nombre de résultats exclus des analyses statistiques pour raison de non conformité
4. valeurs aberrantes : nombre de résultats exclus des analyses statistiques après la détermination des valeurs aberrantes par les tests de Cochran ou Grubbs
5. n_1 : nombre de résultats utilisés dans les analyses statistiques
6. r : limite de répétabilité
7. S_r : écart type de répétabilité
8. RSD_r : écart type relatif de répétabilité ($S_r \times 100/\text{Moyenne}$)
9. Ho_r : la valeur HORRAT pour la répétabilité est le RSD observé divisé la valeur est RSD_r valeur estimée par la formule de Horwitz utilisant l'approximation $r = 0,66R$
10. R : limite de reproductibilité
11. S_R écart type de reproductibilité
12. Ho_R : la valeur HORRAT de reproductibilité est la valeur de RSD_R observée divisé par le RSD_R calculé à partir de $Ho_R = RSD_R(\text{mesuré}) / RSD_R$

Tableau 1: Balance Hydrostatique (HB)

	moyenne	n	aberrants	n1	r	sr	RSDr	Hor	R	sR	RSDR	HoR	no. de répétitions	différence CrD95
1999/1	11,043	17	1	16	0,0571	0,0204	0,1846	0,1004	0,1579	0,0564	0,5107	0,18	2	0,1080
1999/2	11,247	14	1	13	0,0584	0,0208	0,1854	0,1011	0,1803	0,0644	0,5727	0,21	2	0,1241
1999/3	11,946	16	0	16	0,0405	0,0145	0,1211	0,0666	0,1593	0,0569	0,4764	0,17	2	0,1108
1999/4	7,653	17	1	16	0,0502	0,0179	0,2344	0,1206	0,1537	0,0549	0,7172	0,24	2	0,1057
1999/5	11,188	17	0	17	0,0871	0,0311	0,2780	0,1515	0,2701	0,0965	0,8622	0,31	2	0,1860
1999/6	11,276	19	0	19	0,0846	0,0302	0,2680	0,1462	0,2957	0,1056	0,9365	0,34	2	0,2047

1999/7	8,018	17	0	17	0,0890	0,0318	0,3964	0,2054	0,2573	0,0919	1,1462	0,39	2	0,1764
1999/9	11,226	17	0	17	0,0580	0,0207	0,1846	0,1423	0,2796	0,0999	0,8896	0,45	2	0,1956
1999/10	11,026	17	0	17	0,0606	0,0216	0,1961	0,1066	0,2651	0,0947	0,8588	0,31	2	0,1850
1999/11	7,701	16	1	15	0,0643	0,0229	0,2980	0,1535	0,2330	0,0832	1,0805	0,37	2	0,1616
1999/12	10,987	17	2	15	0,0655	0,0234	0,2128	0,1156	0,1258	0,0449	0,4089	0,15	2	0,0827
2000/1	11,313	16	0	16	0,0986	0,0352	0,3113	0,1699	0,2577	0,0920	0,8135	0,29	2	0,1754
2000/2	11,232	17	0	17	0,0859	0,0307	0,2731	0,1489	0,2535	0,0905	0,8060	0,29	2	0,1740
2000/3	0,679	10	0	10	0,0680	0,0243	3,5773	1,2783	0,6529	0,2332	34,3395	8,10	2	0,4604
2000/4	11,223	18	0	18	0,0709	0,0253	0,2257	0,1230	0,2184	0,0780	0,6951	0,25	2	0,1503
2000/5	7,439	19	1	18	0,0630	0,0225	0,3023	0,1549	0,1522	0,0544	0,7307	0,25	2	0,1029
2000/6	11,181	19	0	19	0,0536	0,0191	0,1710	0,0932	0,2783	0,0994	0,8890	0,32	2	0,1950
2000/7	10,858	16	0	16	0,0526	0,0188	0,1731	0,0939	0,1827	0,0653	0,6011	0,22	2	0,1265
2000/9	12,031	17	1	16	0,0602	0,0215	0,1787	0,0985	0,2447	0,0874	0,7263	0,26	2	0,1704
2000/10	11,374	18	0	18	0,0814	0,0291	0,2555	0,1395	0,2701	0,0965	0,8482	0,31	2	0,1866
2000/11	7,644	18	0	18	0,0827	0,0295	0,3863	0,1988	0,2289	0,0817	1,0694	0,36	2	0,1565
2000/12	11,314	19	1	18	0,0775	0,0277	0,2447	0,1336	0,2421	0,0864	0,7641	0,28	2	0,1667
2001/1	11,415	19	0	19	0,0950	0,0339	0,2971	0,1623	0,2410	0,0861	0,7539	0,27	2	0,1636
2001/2	11,347	19	0	19	0,0792	0,0283	0,2493	0,1361	0,1944	0,0694	0,6119	0,22	2	0,1316
2001/3	11,818	16	0	16	0,0659	0,0235	0,1990	0,1093	0,2636	0,0941	0,7965	0,29	2	0,1834
2001/4	11,331	17	0	17	0,1067	0,0381	0,3364	0,1836	0,1895	0,0677	0,5971	0,22	2	0,1229
2001/5	8,063	19	1	18	0,0782	0,0279	0,3465	0,1797	0,1906	0,0681	0,8442	0,29	2	0,1290

Tableau 2: Densimétrie électronique (ED)

	AVG n1	n	aberrants	n1	r	sr	RSDr	Hor	R	sR	RSDR	HoR	no. de répétitions	différence CrD95
D1999/1	11,019	18	1	17	0,0677	0,0242	0,2196	0,1193	0,1996	0,0713	0,6470	0,23	2	0,1370
D1999/2	11,245	19	2	17	0,0448	0,0160	0,1423	0,0776	0,1311	0,0468	0,4165	0,15	2	0,0900
D1999/3	11,967	21	0	21	0,0701	0,0250	0,2091	0,1151	0,1552	0,0554	0,4631	0,17	2	0,1040
D1999/4	7,643	19	1	18	0,0610	0,0218	0,2852	0,1467	0,1340	0,0479	0,6262	0,21	2	0,0897
D1999/5	11,188	21	3	18	0,0260	0,0093	0,0829	0,0452	0,2047	0,0731	0,6536	0,24	2	0,1442
D1999/6	11,303	21	0	21	0,0652	0,0233	0,2061	0,1125	0,1466	0,0523	0,4631	0,17	2	0,0984
D1999/7	8,026	21	0	21	0,0884	0,0316	0,3935	0,2039	0,1708	0,0610	0,7600	0,26	2	0,1124
D1999/9	11,225	17	0	17	0,0372	0,0133	0,1183	0,0645	0,1686	0,0602	0,5366	0,19	2	0,1178
D1999/10	11,011	19	0	19	0,0915	0,0327	0,2969	0,1613	0,1723	0,0615	0,5588	0,20	2	0,1129
D1999/11	7,648	21	1	20	0,0615	0,0220	0,2872	0,1478	0,1538	0,0549	0,7183	0,24	2	0,1043
D1999/12	10,999	16	1	15	0,0428	0,0153	0,1389	0,0755	0,2015	0,0720	0,6541	0,23	2	0,1408

D2000/1	11,248	22	1	21	0,0697	0,0249	0,2212	0,1206	0,1422	0,0508	0,4516	0,16	2	0,0944
D2000/2	11,240	19	3	16	0,0448	0,0160	0,1424	0,0776	0,1619	0,0578	0,5145	0,19	2	0,1123
D2000/3	0,526	12	1	11	0,0327	0,0117	2,2185	0,7630	0,9344	0,3337	63,4009	14,39	2	0,6605
D2000/4	11,225	19	1	18	0,0476	0,0170	0,1514	0,0825	0,1350	0,0482	0,4295	0,15	2	0,0924
D2000/5	7,423	21	0	21	0,0628	0,0224	0,3019	0,1547	0,2635	0,0941	1,2677	0,43	2	0,1836
D2000/6	11,175	23	2	21	0,0606	0,0217	0,1938	0,1056	0,1697	0,0606	0,5424	0,20	2	0,1161
D2000/7	10,845	21	5	16	0,0440	0,0157	0,1449	0,0786	0,1447	0,0517	0,4766	0,17	2	0,0999
D2000/9	11,983	22	1	21	0,0841	0,0300	0,2507	0,1380	0,2410	0,0861	0,7183	0,26	2	0,1651
D2000/10	11,356	22	1	21	0,0635	0,0227	0,1997	0,1090	0,1865	0,0666	0,5866	0,21	2	0,1280
D2000/11	7,601	27	0	27	0,0521	0,0186	0,2448	0,1258	0,1685	0,0602	0,7916	0,27	2	0,1162
D2000/12	11,322	25	1	24	0,0476	0,0170	0,1503	0,0820	0,1594	0,0569	0,5028	0,18	2	0,1102
D2001/1	11,427	29	0	29	0,0706	0,0252	0,2207	0,1206	0,1526	0,0545	0,4771	0,17	2	0,1020
D2001/2	11,320	29	1	28	0,0675	0,0241	0,2128	0,1161	0,1570	0,0561	0,4952	0,18	2	0,1057
D2001/3	11,826	34	1	33	0,0489	0,0175	0,1476	0,0811	0,1762	0,0629	0,5322	0,19	2	0,1222
D2001/4	11,339	31	2	29	0,0639	0,0228	0,2012	0,1099	0,1520	0,0543	0,4788	0,17	2	0,1026
D2001/5	8,058	28	0	28	0,0473	0,0169	0,2098	0,1088	0,2025	0,0723	0,8976	0,31	2	0,1412

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

	Moyenne (BH)	n	Valeurs aberrantes	n1		Moyenne (DE)	n	Valeurs aberrantes	n1	σ TAV(BH-DE)
1999/1	11,043	17	1	16	D1999/1	11,019	18	1	17	0,024
1999/2	11,247	14	1	13	D1999/2	11,245	19	2	17	0,002
1999/3	11,946	16	0	16	D1999/3	11,967	21	0	21	-0,021
1999/4	7,653	17	1	16	D1999/4	7,643	19	1	18	0,010
1999/5	11,188	17	0	17	D1999/5	11,188	21	3	18	0,000
1999/6	11,276	19	0	19	D1999/6	11,303	21	0	21	-0,028
1999/7	8,018	17	0	17	D1999/7	8,026	21	0	21	-0,008
1999/9	11,226	17	0	17	D1999/9	11,225	17	0	17	0,002
1999/10	11,026	17	0	17	D1999/10	11,011	19	0	19	0,015
1999/11	7,701	16	1	15	D1999/11	7,648	21	1	20	0,052
1999/12	10,987	17	2	15	D1999/12	10,999	16	1	15	-0,013
2000/1	11,313	16	0	16	D2000/1	11,248	22	1	21	0,065
2000/2	11,232	17	0	17	D2000/2	11,240	19	3	16	-0,008
2000/3	0,679	10	0	10	D2000/3	0,526	12	1	11	* 0,153
2000/4	11,223	18	0	18	D2000/4	11,225	19	1	18	-0,002
2000/5	7,439	19	1	18	D2000/5	7,423	21	0	21	0,016

2000/6	11,181	19	0	19	D2000/6	11,175	23	2	21	0,006
2000/7	10,858	16	0	16	D2000/7	10,845	21	5	16	0,013
2000/9	12,031	17	1	16	D2000/9	11,983	22	1	21	0,049
2000/10	11,374	18	0	18	D2000/10	11,356	22	1	21	0,018
2000/11	7,644	18	0	18	D2000/11	7,601	27	0	27	0,043
2000/12	11,314	19	1	18	D2000/12	11,322	25	1	24	-0,008
2001/1	11,415	19	0	19	D2001/1	11,427	29	0	29	-0,012
2001/2	11,347	19	0	19	D2001/2	11,320	29	1	28	0,027
2001/3	11,818	16	0	16	D2001/3	11,826	34	1	33	-0,008
2001/4	11,331	17	0	17	D2001/4	11,339	31	2	29	-0,008
2001/5	8,063	19	1	18	D2001/5	8,058	28	0	28	0,004
Différence générale / σ TAV (BH-DE)										0,014
Ecart type/différence										0,036
* Essai 2000/3 n'est pas pris en compte										

Tableau 4: Paramètres de fidélité

MOYENNE	Balance hydrostatique	Densimétrie électronique
n1	441	557
variance relative de répétabilité	0,309	0,267
r	0,074	0,061
sr	0,026	0,022
variance relative de reproductibilité	2,948	2,150
R	0,229	0,174
sR	0,082	0,062