RESOLUTION OENO 4/2000

TURBIDITE DES VINS

L'ASSEMBLEE GENERALE,

VU l'article 5, alinéa 4 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

D'introduire dans l'Annexe A du Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins, la méthode suivante : » **Turbidité des vins** ».

Méthode de détermination par néphélométrie.

1. AVERTISSEMENT

La mesure de la turbidité est très largement dépendante de la conception de l'appareillage utilisé. Ainsi, les mesures comparatives d'instrument à instrument ne sont possibles que si le même principe de mesurage est appliqué.

Les principales sources d'erreur connues, liées au type de turbidimètre sont les suivantes :

- l'influence de la lumière parasite,
- l'influence de la coloration du produit, notamment dans le cas de faibles valeurs de turbidité,
- la dérive électronique intervenant avec le vieillissement des composants électroniques,
- le type de source lumineuse, de photodétecteur, les dimensions et le type de la cellule de mesure.

La présente méthode est basée sur l'utilisation d'un néphélomètre dont la conception technologique est du type : **double faisceau à compensation optique**.

Cette classe d'instrument permet de compenser : la dérive électronique, les variations

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

de tension de l'alimentation électrique et partiellement la coloration du vin. Elle présente, en outre, une grande stabilité d'étalonnage.

Il convient de noter le caractère non contradictoire de la méthode, en raison de l'impossibilité de réaliser une analyse collaborative.

2. OBJET

Le présent document a pour objet de décrire une méthode optique permettant de déterminer l'indice de turbidité (ou indice de diffusion) des vins.

3. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable en l'absence d'une instrumentation permettant une parfaite reproductibilité des mesures d'un appareil à l'autre ainsi que la compensation totale de la coloration des vins. En conséquence les résultats sont donnés à titre indicatif, ils sont à prendre avec réserve.

La méthode est surtout destinée à la production pour laquelle elle est le critère le plus objectif de la mesure de la limpidité.

Cette méthode, non susceptible d'être validée selon les critères internationalement reconnus sera classée en **type 4**.[¤]

4. PRINCIPE GENERAL

La turbidité est un effet optique.

L'indice de diffusion est une propriété intrinsèque des liquides permettant de caractériser leur aspect optique.

Cet effet optique est provoqué par la présence de particules très fines réparties dans un milieu de dispersion liquide ; l'indice de réfraction de ces particules diffère de celui du milieu de dispersion.

Si l'on éclaire de l'eau optiquement propre renfermée dans un volume connu et si l'on mesure le flux lumineux diffusé par rapport au faisceau incident, la valeur notée de ce flux diffusé caractérise la diffusion moléculaire de l'eau.

Si la valeur obtenue avec l'eau étudiée est supérieure à celle correspondant à la diffusion moléculaire qui est constante pour une même longueur d'onde, un même flux incident sous un même angle de mesure, une même géométrie de cuve et une température donnée, la différence est imputable à la lumière diffusée par les particules solides, liquides ou gazeuses en suspension dans l'eau.

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

La mesure du flux lumineux diffusé, effectuée comme indiqué, constitue une mesure néphélométrique.

5. DEFINITIONS

5.1. Turbidité :

Réduction de la transparence d'un liquide due à la présence de matières non dissoutes.

5.2. Unité d'expression de l'indice de turbidité :

L'unité de turbidité utilisée est le :

N T U - NEPHELOMETRIC TURBIDITY UNIT (unité de turbidité néphélométrique) qui correspond à la mesure de la lumière diffusée par une suspension étalon de formazine, préparée comme indiqué au point 6.2.2., sous un angle de 90 ° par rapport à la direction du faisceau incident.

6. PREPARATION DE LA SUSPENSION ETALON DE FORMAZINE (*)

6.1. Réactifs :

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

Ils doivent être conservés dans des flacons en verre.

6.1.1. Eau, pour la préparation de solutions témoins.

Tremper une membrane filtrante de grosseur de pore 0,1 µm (du type de celles utilisées en bactériologie) pendant 1 h dans 100 ml d'eau distillée. Filtrer à travers celle-ci 250 ml d'eau distillée deux fois sur la membrane et conserver cette eau pour la préparation des solutions étalons.

6.1.2. Formazine (C2H4N2), solutions.

La combinaison appelée formazine, de formule C2H4N2 ne se trouve pas dans le commerce. Elle est obtenue à l'aide des solutions suivantes :

Solution A : Dissoudre 10,0 g d'hexaméthylènetétramine de formule (CH2)6N4 dans de l'eau distillée préparée selon 6.1.1. Puis compléter la solution à 100 ml à l'aide d'eau distillée préparée selon 6.1.1.

Solution B : Dissoudre 1,0 g de sulfate d'hydrazinium N2H6SO4 dans de l'eau distillée préparée selon 6.1.1. Puis compléter la solution à 100 ml à l'aide d'eau distillée préparée

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

selopn 6.1.1.

AVERTISSEMENT : **Le sulfate d'hydrazinium est un poison et peut être cancérogène.**

6.2. Mode opératoire

Mélanger 5 ml de solution A et 5 ml de solution B. Après 24 h à 25 °C ± 3 °C, diluer la solution à 100 ml avec de l'eau. (6.1.1.).

La turbidité de cette solution standard est de : 400 NTU

Dans l'obscurité, cette suspension standard se conserve à la température

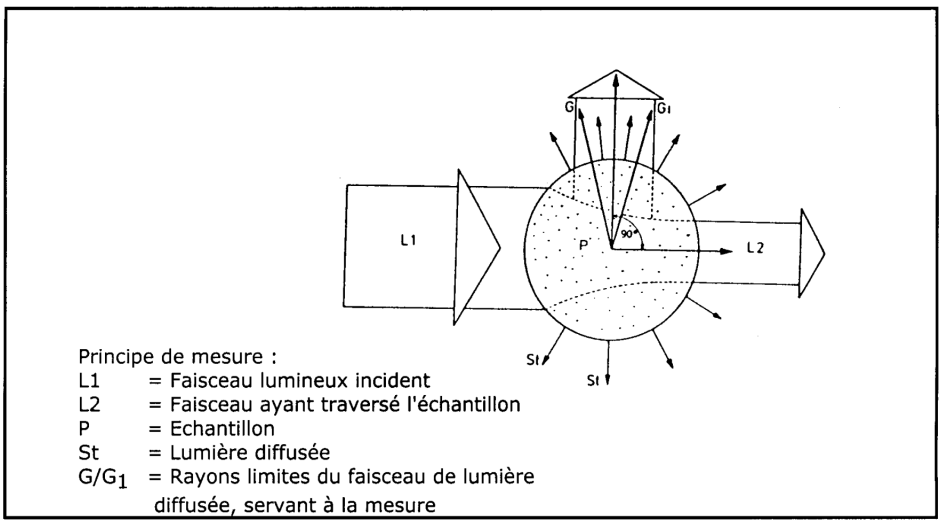
ambiante pendant 4 semaines environ.

Par dilution à 1/400 avec de l'eau distillée de préparation récente, on obtient une turbidité de : 1 NTU.

Cette solution n'est stable qu'une semaine.

REMARQUE Des standards de formazine ont été comparés à des standards élaborés à base de polymères. Les écarts observés peuvent être considérés comme négligeables. Les étalons à base de polymères présentent néanmoins les inconvénients suivants : leur coût est très élevé et leur durée d'utilisation limitée. Ils doivent être manipulés avec précaution pour ne pas briser les particules de polymères, ce qui modifierait la valeur de la turbidité. Cette possibilité est proposée en tant que solution alternative à la formazine.

7. PRINCIPE OPTIQUE DE MESURE



Principe de mesure :
L1 = Faisceau lumineux incident
L2 = Faisceau ayant traversé l'échantillon
P = Echantillon
St = Lumière diffusée
G/G_1 = Rayons limites du faisceau de lumière diffusée, servant à la mesure

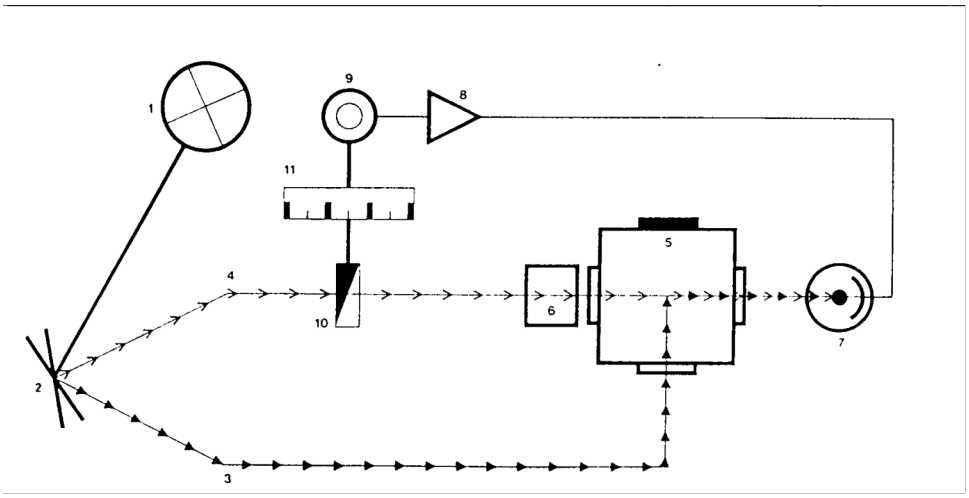
Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

L'observation de la lumière diffusée doit se faire à 90° par rapport à la direction du faisceau incident.

8. APPAREILLAGE

8.1. Principe optique du turbidimètre à double faisceau et compensation optique :



Une source lumineuse (1), alimentée par le secteur, envoie un faisceau lumineux sur le miroir oscillant (2) qui réfléchit, alternativement, un rayon de mesure (3) et un rayon de comparaison (4) à raison d'environ 600 fois par seconde.

Le rayon de mesure (3) se propage dans le fluide à mesurer (5), tandis que le rayon de comparaison (4) se propage dans un standard de comparaison de turbidité (6)optiquement stable.

La lumière diffusée produite dans le fluide (5) par les particules qui engendrent la turbidité et la lumière diffusée par le standard de comparaison (6) sont reçues, alternativement, par une cellule photo-électrique (7).

Cette cellule reçoit donc, à la même fréquence, d'une part un rayon de mesure (3), d'autre part, un rayon de comparaison (4) dont les intensités lumineuses sont différentes.

La cellule photo-électrique (7) transforme alors ces intensités lumineuses inégales en courants photoélectriques qui sont ensuite amplifiés (8) et alimentent un moteur synchrone (9) jouant le rôle de servomoteur.

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

Ce dernier fait varier, au moyen d'un diaphragme de mesure mécanique (10) l'intensité du rayon de comparaison jusqu'à ce que les deux rayons parviennent à la cellule photo-électrique avec la même intensité lumineuse.

Cet état d'équilibre permet de mesurer la teneur en particules solides du fluide mesuré.

La valeur absolue de la mesure dépend des dimensions du standard de comparaison et de la position du diaphragme.

8.2. Caractéristiques :

Note : **Afin de pouvoir réaliser les mesures, quelle que soit la couleur du vin, le turbidimètre doit être équipé d'un filtre interférentiel supplémentaire permettant le mesurage à la longueur d'onde de : 620 nm. Toutefois, ce filtre interférentiel n'est pas nécessaire si la source lumineuse est infrarouge.**

8.2.1. La largeur de bande spectrale, de la radiation incidente doit être inférieure ou égale à 60 nm,

8.2.2. il ne doit pas y avoir de divergence au niveau du parallélisme de la radiation incidente et la convergence ne doit pas dépasser 1,5 °,

8.2.3. l'angle de mesure entre l'axe optique de la radiation incidente et celui de la radiation diffusée doit être 90 ° ± 2,5 °,

8.2.4. l'appareil ne doit pas induire d'erreur due à la lumière parasite supérieure à :

0,01 NTU

sur une plage de mesure de :

0 à 0,1 NTU

9. MODE OPERATOIRE DE LA MESURE

9.1. Vérification de l'appareil

Avant toute mesure ou série de mesures, vérifier le fonctionnement électrique et mécanique de l'appareil conformément aux préconisations de son constructeur.

9.2. Vérification du calage de l'échelle de mesure

Avant toute mesure ou série de mesure, à l'aide d'un appareil préalablement étalonné, vérifier le calage de son échelle de mesure conformément à son principe de construction.

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

9.3. Nettoyage de la cellule de mesure

Nettoyer avec le plus grand soin la cuve de mesure avant toute détermination. Prendre toutes les précautions utiles pour éviter l'introduction de poussières dans l'appareil et à plus forte raison dans la cellule de mesure avant et pendant la détermination de l'indice de turbidité.

9.4. Réalisation de la mesure

- Opérer à une température comprise entre : 15 et 25 °C (La température du vin à mesurer doit être prise en considération pour obtenir une comparaison correcte). Préalablement à la mesure, homogénéiser avec soin, et sans mouvement brusque pour ne pas créer d'émulsion, le flacon contenant le produit à mesurer.
- Rincer consciencieusement, à deux reprises, la cellule de mesure à l'aide d'un petit volume de produit à mesurer,
- Introduire, avec précautions, le produit à mesurer dans la cellule de mesure en évitant un écoulement turbulent qui conduirait à la formation de bulles d'air et effectuer la mesure de l'essai,
- Attendre une minute si la valeur de l'indice est stable,
- Noter l'indice de turbidité obtenu.

10. EXPRESSION DES RESULTATS

L'indice de turbidité du vin examiné est relevé et exprimé en :

* NTU

- si la turbidité est inférieure à 1 NTU arrondir à 0,01 NTU
- si la turbidité est entre 1 NTU et 10 NTU arrondir à 0,1 NTU
- si la turbidité est entre 10 NTU et 100 NTU arrondir à 1 NTU

11. RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes :

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET

© OIV 2000

a. la référence à la présente méthode,

b. le résultat exprimé comme indiqué en 10,

c. tout détail ou événement susceptible d'avoir agi sur les résultats.

BIBLIOGRAPHIE

AFNOR

1. Norme NF EN 27027 (ISO 7027) - Avril 1994
2. "Qualité de l'eau = Détermination de la turbidité"

OIV

1. Recueil des méthodes internationales des boissons spiritueuses, des alcools, de la fraction aromatique des boissons - 1994

2. "Turbidité - Méthode de détermination par néphélométrie"

SIGRIST PHOTOMETER S.A. CH. 6373 ENNETBURGEN

1. "Extraits de notices techniques de turbidimètres

[¤] Selon la classification du Codex Alimentarius

(*) *Attention aux précautions d'usage car la Formazine présente une certaine toxicité.*

© OIV 2000

Exemplaire certifié conforme Paris, 23 juin 2000
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Georges DUTRUC-ROSSET