RESOLUTION OENO 8/2000

MESURE DU TITRE ALCOOMETRIQUE VOLUMIQUE DES VINS PAR DENSIMETRIE ELECTRONIQUE UTILISANT UN RESONATEUR DE FLEXION

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

D'INTRODUIRE dans l'annexe A du Recueil des Méthodes Internationales d'Analyse, la méthode suivante: "**Mesure du titre alcoométrique volumique des vins par densimétrie électronique utilisant un résonateur de flexion**".

1. Méthode de mesure

1.1. Titre et introduction

Le Titre Alcoométrique Volumique (TAV) des vins doit être mesuré avant leur commercialisation notamment pour se conformer 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. Précautions 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 électronique utilisant un résonateur de flexion.
- En référence aux dispositions réglementaires en vigueur, la température d'essai est arrêtée à 20 °C.

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

© OIV 2000

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 et les homologues de l'éthanol engagés dans les 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 :

p = m / V , pour un vin, elle s'exprime g/ml

Pour une solution hydroalcoolique telle qu'un distillat, connaissant la température, des tables permettent de faire correspondre à une masse volumique un titre alcoométrique (OIV, 1990). Ce titre alcoométrique correspond à celui du vin (distillation de volume à volume).

Dans la présente méthode la masse volumique du distillat 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 alors calculée, elle est liée à la période d'oscillation par la formule suivante :

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

p = 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, p = A T2 – 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 de chaque oscillateur et sont estimées en mesurant la période de fluides de masse volumique connue.

1.5. Réactifs et produits

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

© OIV 2000

1.5.1. Fluides de référence

Deux fluides de référence servent à ajuster le densimètre. Les masses volumiques des fluides de référence doivent encadrer celles des distillats 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.

Pour la mesure du TAV des vins par densimètre électronique les fluides de référence sont :

- L'air sec (non pollué),
- L'eau bi-distillée ou de pureté analytique équivalente,
- Des solutions hydroalcooliques de masse volumique déterminée par pycnométrie (méthode de référence),
- Des solutions raccordées aux étalons nationaux de viscosité inférieure à 2 mm2/s.

1.5.2. Produits de nettoyage et de séchage

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

1.6. Appareillage

1.6.1. Densimètre électronique à résonateur de flexion

Le densimètre électronique comporte les éléments suivants :

- Une cellule de mesure comportant le tube de mesure et une enceinte thermostatée,
- Un système de mise en oscillation du tube et de mesure de la période d'oscillation,
- Une horloge,
- Un afficheur numérique et éventuellement un calculateur.

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

© OIV 2000

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

1.6.2. Contrôle de la température de la cellule de mesure

Le tube de mesure est situé dans une enceinte thermostatée. La stabilité de la température doit être meilleure que +/- 0,02 °C.

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 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 arrêtée à 20°C. La mesure de température au niveau de la cellule est réalisée avec un thermomètre de résolution de moins de 0,01°C et raccordé aux étalons nationaux. Il doit garantir une mesure de température d'incertitude inférieure à +/- 0,07°C.

1.6.3. 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 pratique 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 □

1.6.4. Vérification de la calibration

Pour vérifier la calibration on mesure la masse volumique de 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 supérieure 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 de TAV comparable à ceux des distillats analysés.

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

© OIV 2000

1.6.5. 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 faut vérifier la température de la cellule.

1.7. Echantillonnage et préparation des échantillons

(cf. Recueil des méthodes internationales des vins et des moûts 1990, page 59, Obtention du distillat)

1.8. Mode opératoire

Après obtention du distillat, (OIV, 1990) on mesure sa masse volumique ou son TAV par densimétrie.

L'opérateur s'assure de la stabilité de la température de la cellule de mesure. Le distillat dans la cellule du densimètre ne doit pas contenir de bulles d'air 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 (cf. A.4 c). Si l'appareil ne donne pas directement le TAV, connaissant la masse volumique on obtient ce TAV à l'aide des tables (OIV, 1990).

1.9. Expression des résultats

Le titre alcoométrique volumique du vin est celui obtenu pour le distillat. Il est exprimé en " % vol. ".

Si les conditions de température ne sont pas respectées, il est nécessaire de réaliser une correction pour l'exprimer à 20°C. Le résultat est donné avec deux décimales.

1.10. Remarques

Le volume introduit dans la cellule doit être suffisamment important afin d'éviter une éventuelle contamination provoquée par l'échantillon précédent. Il est donc nécessaire de réaliser au moins deux déterminations. Si celles-ci ne donnent pas des résultats inclus dans la limite de répétabilité, une troisième détermination est nécessaire. Généralement les résultats des deux dernières déterminations sont homogènes et on élimine la première valeur.

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

© OIV 2000

1.11. Fidélité

Pour des échantillons de TAV compris entre 4 et 18 % Vol.
Répétabilité (r) = 0,067 (% vol.),
Reproductibilité (R) = 0,0454 + 0,0105 x TAV.

2. Essai interlaboratoires. Fidélité et exactitude sur ajoût

2.1. Echantillons

Les échantillons utilisés lors de l'étude collaborative sont décrits dans le tableau 1.

Tableau 1 : Echantillons de l'étude collaborative

Num	Nature	TAV approximatif (% vol.)
C0	Cidre (filtré sur membrane pour enlever le CO2)	5
V0	Vin filtré	10
V1	Vin filtré puis dopé	11
V2	Vin filtré puis dopé	12
V3	Vin filtré puis dopé	13
P0	Vin de liqueur	16

Tous les échantillons sont homogénéisés avant de remplir les bouteilles envoyées aux participants. Pour le vin, 40 litres sont homogénéisés avant envoi et réalisation des ajouts.

Pour les ajouts, dans une fiole jaugée de 5 litres on verse l'éthanol absolu puis on complète au trait de jauge avec le vin filtré. Cette opération est répétée deux fois. Les volumes d'éthanol sont respectivement de 50, 100 et 150 ml pour les échantillons V1, V2 et V3.

2.2. Laboratoires participants

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

© OIV 2000

Les laboratoires participants à l'étude collaborative sont décrits dans le tableau 2.

Laboratoire	C.P.	Ville	Personne à contacter
ALKO Group LTD	FIN-00101	Helsinki	Monsieur Lehtonen
Bénédictine	76400	Fécamp	Madame Pillon
Casanis	18881	Gemenos	Madame Cozon
CIVC	51200	Epernay	Monsieur Tusseau
Cointreau	49181	St Barthélémy d'Anjou	Madame Guerin
Courvoisier	16200	Jarnac	Monsieur Lavergne
Hennessy	16100	Cognac	Monsieur Calvo
IDAC	44120	Vertou	Madame Mars
Laboratoire Gendrot	33000	Bordeaux	Madame Gubbiotti
Martell	16100	Cognac	Monsieur Barboteau
Ricard	94320	Thiais	Monsieur Boulanger
SOEC Martin Vialatte	51319	Epernay	Madame Bertemes

Afin de ne pas introduire de biais méthodologique, les résultats de la Station Viticole du Bureau National Interprofessionnel du Cognac (organisatrice de l'étude collaborative) ne sont pas pris en compte.

2.3. Analyses

Les produits C0 et P0 sont distillés deux fois, les produits V0, V1, V2 et V3 trois fois. Pour chaque distillat trois déterminations du TAV, reportées dans le tableau de résultats, sont réalisées.

2.4. Résultats

La deuxième détermination des trois réalisées est retenue pour l'étude de la fidélité (tableau 3).

Tableau 3 : Résultats (deuxième détermination par distillat) (% vol.)

Laboratoire	C0	V0	V1	V2	V3	P0
	6,020	9,500	10,390	11,290	12,100	17,080

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

© OIV 2000

1	5,970	9,470	10,380	11,260	12,150	17,080
		9,450	10,340	11,260	12,150	
	6,040	9,500	10,990	11,270	12,210	17,050
2	6,040	9,500	10,390	11,280	12,210	17,050
		9,510	10,400	11,290	12,200	
	5,960	9,460	10,350	11,280	12,170	17,190
3	5,910	9,460	10,360	11,280	12,150	17,200
		9,450	10,340	11,260	12,170	
	6,020	9,470	10,310	11,250	12,160	16,940
4	6,020	9,450	10,350	11,250	12,120	17,070
		9,450	10,330	11,210	12,130	
	5,950	9,350	10,250	11,300	12,050	17,000
5	5,950	9,430	10,250	11,300	12,050	17,000
		9,430	10,250	11,300	12,050	
	6,016	9,513	10,370	11,275	12,222	17,120
6	6,031	9,513	10,336	11,266	12,222	17,194
		9,505	10,386	11,275	12,220	
	5,730	9,350	10,230	11,440	12,080	17,010
7	5,730	9,430	10,220	11,090	12,030	16,920
		9,460	10,220	11,080	11,930	

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

© OIV 2000

	5,990	9,400	10,340	11,160	12,110	17,080
8	6,000	9,440	10,320	11,150	12,090	17,110
		9,440	10,360	11,210	12,090	
	6,031	9,508	10,428	11,289	12,180	17,089
9	6,019	9,478	10,406	11,293	12,215	17,084
		9,509	10,411	11,297	12,215	
	6,030	9,500	10,380	11,250	12,150	17,130
10	6,020	9,510	10,380	11,250	12,150	17,100
		9,510	10,380	11,250	12,160	
	6,020	9,480	10,400	11,260	12,150	17,040
11	6,000	9,470	10,390	11,260	12,140	17,000
		9,490	10,370	11,240	12,160	

2.5. Calcul de répétabilité et de reproductibilité

Les calculs de répétabilité et de reproductibilité sont réalisés conformément à la norme NF X 06-041, septembre 1983, ISO 5725.Le tableau 4 présente les écarts-types par cellule (laboratoire x échantillon).

Tableau 4 : Table des dispersions (écart-types en % vol.)

Laboratoire	C0	V0	V1	V2	V3	P0
1	0,0354	0,0252	0,0265	0,0173	0,0289	0,0000
2	0,0000	0,0058	0,3436	0,0100	0,0058	0,0000
3	0,0354	0,0058	0,0100	0,0115	0,0115	0,0071

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

© OIV 2000

4	0,0000	0,0115	0,0200	0,0231	0,0208	0,0919
5	0,0000	0,0462	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
6	0,0106	0,0046	0,0255	0,0052	0,0012	0,0523
7	0,0000	0,0569	0,0058	0,2050	0,0764	0,0636
8	0,0071	0,0231	0,0200	0,0321	0,0115	0,0212
9	0,0085	0,0176	0,0115	0,0040	0,0202	0,0035
10	0,0071	0,0058	0,0000	0,0000	0,0058	0,0212
11	0,0141	0,0100	0,0153	0,0115	0,0100	0,0283

Trois cellules présentent des dispersions fortes (Probabilité associée au test de Cochran inférieure à 1 %). Ces cellules sont représentées en grisé (tableau 4).

Pour le laboratoire 7 et le produit V3, l'écart-type de 0,0764 est conservé malgré le résultat du test de Cochran car il est du même ordre de grandeur que celui observé pour le même laboratoire sur le produit V0.

L'examen des valeurs par distillat (tableau 3) conduit à éliminer :

- Laboratoire 2, produit V1, la valeur 10,990,
- Laboratoire 7, produit V2, la valeur 11,440.

Après avoir éliminé ces deux valeurs les moyennes par cellule (laboratoire x échantillon) sont calculées (tableau 5).

Tableau 5 : Table des moyennes (moyennes en % vol.)

Laboratoire	C0	V0	V1	V2	V3	P0
1	5,9950	9,4733	10,3700	11,2700	12,1333	17,0800
2	6,0400	9,5033	10,3950	11,2800	12,2067	17,0500

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

© OIV 2000

3	5,9350	9,4567	10,3500	11,2733	12,1633	17,1950
4	6,0200	9,4567	10,3300	11,2367	12,1367	17,0050
5	5,9500	9,4033	10,2500	11,3000	12,0500	17,0000
6	6,0235	9,5103	10,3640	11,2720	12,2213	17,1570
7	5,7300	9,4133	10,2233	11,0850	12,0133	16,9650
8	5,9950	9,4267	10,3400	11,1733	12,0967	17,0950
9	6,0250	9,4983	10,4150	11,2930	12,2033	17,0865
10	6,0250	9,5067	10,3800	11,2500	12,1533	17,1150
11	6,0100	9,4800	10,3867	11,2533	12,1500	17,0200

Les valeurs données par le laboratoire 7 sont généralement basses (tableau 5). Dans le cas du cidre, la moyenne pour ce laboratoire est fortement éloignée de celles des autres laboratoires (Probabilité associée au test de Dixon inférieure à 1 %). Les résultats de ce laboratoire pour ce produit sont éliminés.

Le tableau 6 présente les répétabilités et reproductibilités calculées.

Tableau 6 : Calcul des répétabilités et des reproductibilités

Echantillon	P	n	TAV	S2r	S2L	r	R
C0	10	20	6,002	0,000298	0,001033	0,049	0,103
V0	11	33	9,466	0,000654	0,001255	0,072	0,124
V1	11	32	10,344	0,000255	0,003485	0,045	0,173
V2	11	32	11,249	0,000219	0,003113	0,042	0,163
V3	11	33	12,139	0,000722	0,003955	0,076	0,194
P0	11	22	17,070	0,001545	0,004154	0,111	0,214

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

© OIV 2000

Légende :

p : nombre de laboratoires retenus

n : nombre de valeurs retenues

TAV : TAV moyen (% vol.)

S2r : variance de répétabilité (% vol.)2

S2L : variance interlaboratoire (% vol.)2

r : répétabilité (% vol.)

R : reproductibilité (% vol.)

La reproductibilité augmente avec le TAV des échantillons (figure 1). L'augmentation de la répétabilité en fonction du TAV est moins marquée, ainsi une répétabilité globale est calculée en fonction de la variance de répétabilité moyenne. Ainsi, pour des échantillons de TAV compris entre 4 et 18 % vol.,

Répétabilité (r) = 0,067 (% vol.),

Reproductibilité (R) = 0,0454 + 0,0105 x TAV.

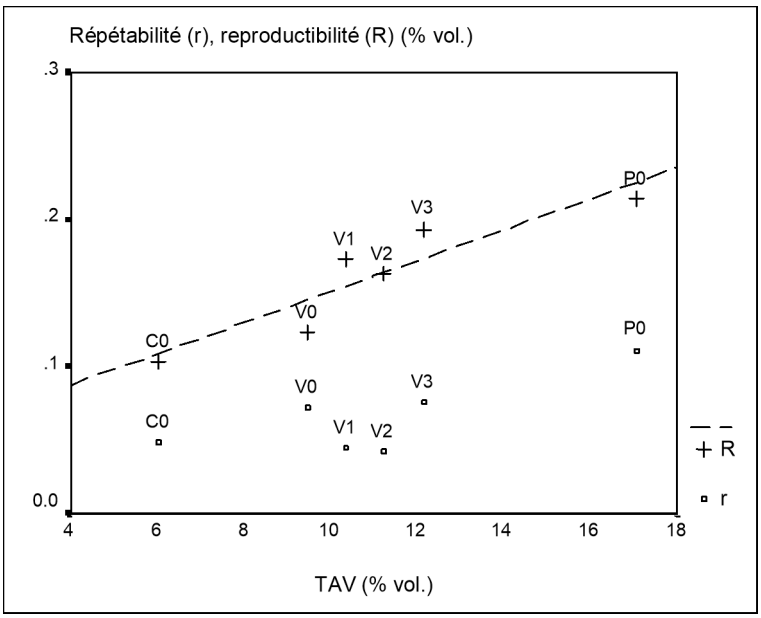


Figure 1 : Répétabilité et reproductibilité en fonction du titre alcoométrique volumique

2.6. Exactitude sur les ajouts réalisés sur le vin

La droite de régression du titre alcoométrique après ajout en fonction du volume d'éthanol ajouté fournit, pour un volume de 0 ml, une estimation du titre

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

© OIV 2000

alcoométrique initial du produit (figure 2). Cette régression est réalisée avec les valeurs moyennes par laboratoire (tableau 5).

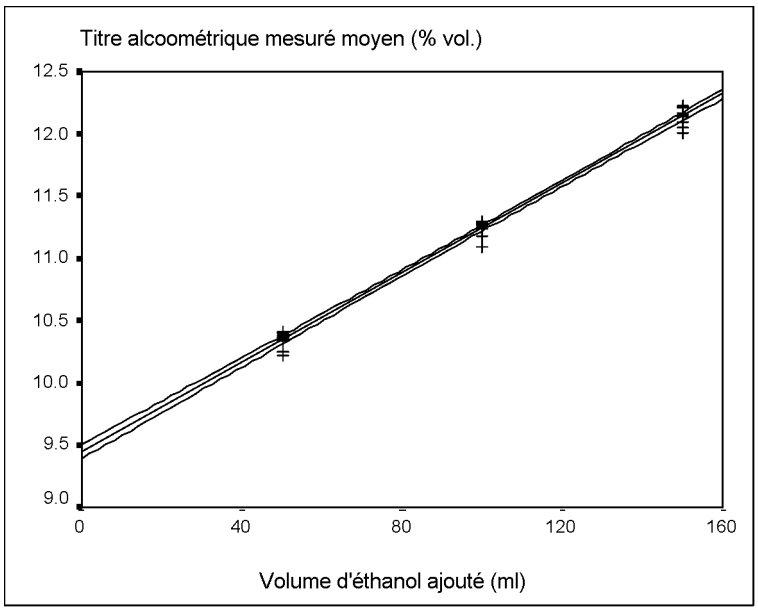


Figure 2 : Régression du TAV mesuré sur le volume d'éthanol ajouté

La mesure réalisée sur le produit initial n'intervient pas dans cette estimation. Cette estimation est comparée à la moyenne des mesures réalisées sur ce produit avant ajout, les intervalles de confiance relatifs à ces deux estimations sont calculés (tableau 7).

Tableau 7 : Ajouts sur produits

BI	moyenne des mesures	BS	BI	estimation avec mesures sur produits + ajouts	BS
9,440	9,466	9,492	9,392	9,450	9,508

Légende : BI : borne inférieure de l'intervalle de confiance à 95%

BS : borne supérieure de l'intervalle de confiance à 95%

Les deux intervalles de confiance possèdent une zone de recouvrement importante. Grâce aux mesures sur les échantillons « dopés » on retrouve donc le titre

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

© OIV 2000

alcoométrique volumique du produit initial.

2.7. Conclusion de l'essai interlaboratoires

Les déterminations de la répétabilité et de la reproductibilité par les essais interlaboratoires donnent les équations suivantes, pour des produits de TAV situé entre 4 et 18 % vol. :

Répétabilité (r) = 0,067 (% vol.),

Reproductibilité (R) = 0,0454 + 0,0105 x TAV (% vol.).

Les indicateurs de Horwitz, Hor et HoR sont faibles (tableau 8). Ils indiquent donc une bonne précision de la méthode par rapport au niveau d'analyte mesuré.

Tableau 8 : Tableau résumé sur la fidélité de la méthode

Echantillon	C0	V0	V1	V2	V3	P0
n	20	33	32	32	33	22
p	10	11	11	11	11	11
TAV	6,0019	9,4662	10,3443	11,2492	12,1389	17,0699
r	0,0489	0,0724	0,0452	0,0419	0,0760	0,1113
sr	0,0173	0,0256	0,0160	0,0148	0,0269	0,0393
RSDr	0,2878	0,2702	0,1543	0,1316	0,2214	0,2303
RSDrH	2,0159	1,8822	1,8573	1,8340	1,8131	1,7224
Hor	0,1428	0,1436	0,0831	0,0718	0,1221	0,1337
R	0,1033	0,1237	0,1731	0,1634	0,1935	0,2136
sR	0,0365	0,0437	0,0612	0,0577	0,0684	0,0755
RSDR	0,6080	0,4616	0,5912	0,5131	0,5634	0,4423
RSDRH	3,0543	2,8519	2,8141	2,7788	2,7471	2,6097

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

© OIV 2000

HoR	0,1991	0,1619	0,2101	0,1847	0,2051	0,1695

Légende :
,n :nombre de valeurs retenues
P : nombre de laboratoires retenus
TAV: TAV moyen (% vol.)
r : répétabilité (% vol.)
sr : Ecart-type de répétabilité (% vol.)
RSDr : Coefficient de variation de répétabilité (sr x 100 / TAV) (%)
RSDrH : Coefficient de variation de répétabilité d'Horwitz (0,66 x RSDRH) (%)
Hor : Valeur de répétabilité d'Horrat (RSDr/RSDrH)
R : reproductibilité (% vol.)
sR : Ecart-type de reproductibilité (% vol.)
RSDR : Coefficient de variation de reproductibilité (sR x 100 / TAV) (%)
RSDRH: Coefficient de variation de reproductibilité d'Horwitz (2(1-0,5log(TAV))) (%)
HoR : Valeur de reproductibilité d'Horrat (RSDR/RSDRH)
Lors des essais interlaboratoires, les mesures réalisées sur un vin avec ajouts permettent de retrouver la valeur obtenue avant ajout, on obtient respectivement les valeurs 9,45 et 9,47 % vol..

Bibliographie

1. OIV, 1990. Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts, Office International de la Vigne et du Vin ; Paris.

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

© OIV 2000