

Unification des méthodes d'analyse des vins

Autor(en): **Benvegnin, L.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **25 (1934)**

Heft 4-5

PDF erstellt am: **22.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983273>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

alkoholischer Fuchsinlösung + 5 cm³ Essigsäure + 1000 cm³ Wasser) eingetaucht. Der Farbstoff zieht auf das Eioberhäutchen auf, oberhäutchenfreie Stellen werden nicht gefärbt. Das gefärbte, noch feuchte Oberhäutchen lässt sich mit dem Finger abreiben.

Zweckmässig wird das Ei nach dem Färben mit Fuchsinlösung nochmals unter der Quarzlampe betrachtet. In manchen Fällen werden die Stempelrückstände durch Fuchsin verstärkt und leuchten intensiv.

Es ist uns nachträglich bekannt geworden, dass der Stempel auch durch Abreiben des Eis mit Alkohol entfernt worden sei. Nach unsern Versuchen gelingt die Stempelentfernung auf diese Weise weniger gut als mit Essigsäure oder Salzsäure. Immerhin wird ebenfalls durch die Alkoholbehandlung das Eioberhäutchen beschädigt, was durch Betrachten des nach Heestermann gefärbten Eis unter der Quarzlampe nachgewiesen werden kann.

Unification des méthodes d'analyse des vins.

(Rapport relatif aux travaux de la Conférence Internationale à Rome, 9—11 avril 1934.)

La Conférence économique et monétaire de Londres, de 1933, avait adopté, au cours de ses travaux, sur la proposition de la sous-commission économique et du sous-comité du vin, la résolution suivante, concernant l'unification de la présentation des résultats d'analyse des vins:

«La sous-commission recommande la réunion d'une commission internationale où chacun des pays intéressés serait représenté par deux chimistes-œnologues qualifiés, qui étudieraient, en commun, un texte complet et définitif de notation et de détermination des méthodes destinées à révéler les qualités des vins, ainsi que leurs falsifications.

En outre, la Conférence de Londres a décidé que cette question spéciale, comme d'ailleurs les autres questions comprises dans l'ensemble des résolutions concernant le vin, serait confiée à l'Institut international d'agriculture, de concert avec les organes compétents du Secrétariat de la Société des nations et l'Office international du vin.»

Donnant suite à cette résolution, l'Institut international d'agriculture, d'entente avec l'Office international du vin, organisa la Conférence de Rome, du 9—11 avril 1934.

Presque tous les pays invités répondirent favorablement et se firent représenter par deux délégués.

Mr. Ed. Barthe, Député, président de l'Office international du vin, dirige les débats. Les délégations d'Espagne et de Suisse sont appelées à la vice-présidence. Sont présents à la Conférence:

pour l'ALGÉRIE

M. J. Henri FABRE,

Professeur d'œnologie à l'Institut agricole d'Algérie, Maison Carrée, Alger.

pour l'*INSTITUT INTERNATIONAL D'AGRICULTURE*

M. le Prince Ludovico Spada POTENZIANI, Président, Villa Umberto I, *Rome*.

M. le Prof. Dr. Alessandro BRIZI, Secrétaire général, Villa Umberto I, *Rome*.

M. le Prof. Dr. Giulio TRINCHIERI, Chef de Section (remplaçant le Chef de Service absent du Bureau des Renseignements Agricoles), Villa Umberto I, *Rome*.

pour l'*OFFICE INTERNATIONAL DU VIN*

M. Ed. BARTHE, Député, Président, 1, Place du Palais Bourbon, *Paris*.

M. Léon DOUARCHE, Directeur, 1, Place du Palais-Bourbon, *Paris*.

pour le *SECRETARIAT DE LA SOCIÉTÉ DES NATIONS*

M. le Prof. Antonio CASULLI, Villa Aldobrandini, Via Panisperna, *Rome*.

Grâce à l'esprit de compréhension et d'objectivité qui animait les participants du Congrès, les délibérations — auxquelles la délégation suisse prit une part très active — aboutirent à une entente générale. Le Congrès a entièrement atteint son but, en adoptant les résolutions suivantes:

«Considérant que pour faciliter les transactions internationales en matière de vin, il est indispensable que les résultats d'analyse puissent être facilement compris et rapidement interprétés par les chimistes de tous les pays, la Commission décide que sur tous les bulletins d'analyse de vin concernant des échanges internationaux, les résultats seront obligatoirement exprimés en conformité des règles fixées par la Convention internationale pour l'Unification des résultats d'analyse signée à Paris en octobre 1912 (*Notation C. I.*). Ainsi qu'il est stipulé dans la dite Convention, les résultats pourront, conjointement, figurer sur les bulletins, conformément aux usages du pays où ces bulletins auront été établis.

Considérant que la méthode d'analyse internationale projetée est principalement destinée aux laboratoires des douanes, qui doivent fournir leurs résultats, dans le minimum de temps; considérant d'autre part qu'il n'est pas toujours nécessaire de procéder à une analyse complète pour reconnaître si un vin est franchement bon, ou franchement mauvais, et, par suite à rejeter de la consommation, la Commission décide qu'il y a lieu d'adopter:

A. Une méthode sommaire et rapide permettant aux laboratoires de contrôle de faire une première sélection;

B. Une méthode rigoureuse d'analyse détaillée, à laquelle on aura recours dans les cas limites et douteux, et dont l'emploi sera obligatoire lorsqu'il s'agira de trancher une contestation.

A. Méthode d'analyse rapide.

Cette méthode comporte nécessairement:

- Un examen organoleptique;
- La détermination de la densité;
- Le dosage de l'alcool;

Le dosage de l'extrait sec;
 L'appréciation des matières réductrices;
 L'appréciation de la teneur en sulfates;
 Le dosage des acidités (totale et volatile);
 Le dosage des matières minérales (cendres);
 Le dosage de l'anhydride sulfureux;
 Eventuellement la recherche des antiseptiques.

Examen organoleptique. L'examen organoleptique approfondi est indispensable. Il doit comporter: aspect du vin, couleur, limpidité, odeur, dégustation. S'il paraît nécessaire, le compléter par l'examen microscopique, de façon à vérifier si le vin renferme une proportion anormale de *Mycoderma aceti* ou de bactéries (germes de maladies telles que: tourne, amertume, graisse etc.).

Le résultat de l'examen organoleptique et microscopique pourra amener le chimiste à renoncer à l'analyse sommaire et à utiliser de suite la méthode d'analyse détaillée.

Lorsque le vin est trouble, procéder à sa filtration sur papier, en ayant soin de couvrir l'entonnoir, et exécuter l'analyse sur le vin filtré. Mention de cette opération devra figurer sur le bulletin d'analyse.

Densité. Après avoir éliminé, s'il y a lieu, l'acide carbonique, déterminer la densité à une température aussi voisine que possible de 15°, en utilisant soit un densimètre centésimal, soit le picnomètre, soit la balance hydrostatique. Le résultat ramené à 15° comportera 4 décimales. Les écarts admissibles entre deux résultats ne doivent porter que sur la 4^{me} décimale.

Degré alcoolique. Procéder par distillation du vin préalablement et exactement neutralisé et par détermination du titre du distillat, soit à l'aide d'alcoomètres soigneusement contrôlés, soit au picnomètre, soit à la balance hydrostatique, soit par le procédé par oxydation chromique¹⁾. Le résultat ramené à 15°, sera exprimé, à la fois, conformément à la Convention de 1912, en grammes par litre et pour cent en volume (degré Gay Lussac et dixième de degré). L'écart admissible sur ce dernier mode d'expression ne pourra dépasser 0° 1 en plus ou en moins.

Extrait sec. L'extrait sec sera déterminé par méthode densimétrique, en se basant sur le poids spécifique du vin à 15°, et sur celui du distillat alcoolique à 15°. Dans l'expression du résultat, il sera indispensable, en attendant les conclusions des comparaisons en cours, et une entente ultérieure à ce sujet, d'indiquer la formule utilisée pour tirer de ces données la valeur de l'extrait sec (Formules d'Ackermann, de Houdart, de Dujardin-Salleron, de Roussopoulos etc.). L'écart entre deux résultats ne pourra dépasser 0,5 g par litre.

¹⁾ Le procédé par oxydation doit être surtout considéré comme méthode de contrôle.

Matières réductrices. Dans les vins secs ordinaires, pratiquer un essai qualitatif, en employant le vin décoloré par la dose minimum de noir décolorant, et en utilisant la quantité de liqueur cupropotassique correspondant à un gramme ou deux grammes de sucre interverti par litre. Exprimer le résultat de la façon suivante: matières réductrices < 1 g ou matières réductrices > 1 g mais < 2 g.

Si l'essai indique une quantité de sucre interverti supérieure à 2 grammes par litre, effectuer le dosage exact, en employant le procédé indiqué dans la méthode détaillée.

Sulfates. Rechercher qualitativement les sulfates en employant une liqueur titrée de chlorure de Baryum, additionnée d'acide chlorhydrique.

Exprimer les résultats de la façon suivante: sulfate de potassium par litre: < 1 g ou > 1 g et < 2 g.

Si l'essai indique une quantité supérieure à 2 g par litre, effectuer le dosage exact, en employant le procédé indiqué dans la méthode détaillée.

Matières minérales (cendres). Calcination au rouge sombre d'une quantité connue de vin et pesée des cendres blanches. S'il est nécessaire, on pourra procéder par lixiviation.

S'il paraît utile, déterminer l'alcalinité totale des cendres comme il est dit dans la méthode d'analyse détaillée.

Acidité.

a) *Acidité totale.* Placer une quantité exactement mesurée de vin dans une fiole à fond plat, porter à 80° en plaçant quelques minutes au bain-marie, de façon à chasser l'acide carbonique, laisser refroidir. Titrer avec une liqueur alcaline titrée (soude, potasse ou eau de chaux). Constater la saturation par touche sur papier de tournesol sensible. L'emploi de la phénolphtaléine est ici rigoureusement proscrit.

b) *Acidité volatile.* Entraîner les acides volatils par un courant de vapeur d'eau, le vin mis en expérience étant préalablement chauffé au bain-marie bouillant (méthode de Blares modifiée). Faire passer le courant de vapeur en ayant soin de ne pas baisser le niveau du vin. Titrer l'acidité du distillat en utilisant le tournesol sensible comme indicateur.

On peut pour ce dernier titrage utiliser la phénolphtaléine à la condition d'en faire mention sur le bulletin d'analyse.

Si le vin contient de l'anhydride sulfureux, doser celui-ci dans le distillat rendu acide par quelques gouttes d'acide sulfurique en le titrant à l'iode, comme il est dit plus loin. L'acidité équivalant à l'anhydride sulfureux doit être retranchée de l'acidité volatile.

Les résultats des dosages d'acidité s'expriment, conformément à la Convention de 1912, en cm^3 de liqueur normale par litre de vin, et, conjointement, dans la forme consacrée par l'usage dans le pays où a été effectuée l'analyse.

Les écarts admissibles entre deux dosages ne doivent pas dépasser 1 cm³ de liqueur N pour l'acidité totale, et 0,2 cm³ pour l'acidité volatile.

Anhydride sulfureux.

- a) *Anhydride sulfureux libre.* Titrage direct à l'aide d'une liqueur titrée d'iode, en utilisant l'empois d'amidon comme indicateur.
- b) *Anhydride sulfureux total.* Employer indifféremment la méthode de Rippert (titrage par une liqueur d'iode, le vin ayant été préalablement traité par un excès de liqueur alcaline, puis acidifié par l'acide sulfurique), ou la méthode de Haas (déplacement par l'acide phosphorique, entraînement par un courant d'acide carbonique, oxydation par l'iode et dosage pondéral ou titrimétrique).

Mention devra être faite sur le bulletin d'analyse de la méthode utilisée.

Les écarts admissibles entre deux dosages pratiqués le même jour, sont de 0,002 g pour l'anhydride sulfureux libre et de 0,005 g pour l'anhydride sulfureux total.

B. Méthode d'analyse détaillée.

Effectuer l'*examen organoleptique* et l'*examen microscopique* détaillé.

Pour la détermination de la *densité*, du *dosage de l'alcool*, de l'*extrait sec*, des *matières minérales*, des *acidités totale et volatile* et de l'*anhydride sulfureux*, procéder comme il est dit dans la méthode rapide.

Matières réductrices.

- a) *Défécation du vin.* Procéder à la défécation du vin, soit par la méthode au sous-acétate de plomb, soit par la méthode au sulfate acide de mercure. Pour l'application de cette dernière méthode, il y aura lieu de prendre des précautions spéciales si le vin renferme du saccharose.
- b) *Dosage.* Employer uniquement les méthodes utilisant les liqueurs cupropotassiques. Procéder par dosage du cuivre réduit: soit par titrimétrie (méthodes au sulfate ferreux et au permanganate, ou à l'iode et au thiosulfate), soit par gravimétrie (pesée de l'oxydure de cuivre obtenu sur le vin déféqué au plomb et rigoureusement neutre, ou du cuivre régénéré). Cette dernière méthode est surtout recommandable avec les vins riches en sucre (plus de 10 g par litre).
- c) *Examen polarimétrique.* Opérer de préférence sur la liqueur déféquée au sulfate acide de mercure. Examen au tube de 20 cm à 20° C.

Dosage du saccharose. Procéder préalablement à l'interversion et appliquer les méthodes ci-dessus décrites en prenant les précautions indispensables.

Les résultats seront exprimés en grammes de sucre interverti par litre, pour les matières réductrices, et en grammes par litre pour le saccharose. Ecart admissible: 0,5 g.

Acide tartrique. La Commission, reconnaissant l'insuffisance des méthodes basées sur la précipitation du bitartrate de potassium et titrage volumétrique, recommande l'emploi des méthodes nouvelles au racémate de calcium (méthode de Kling modifiée par Sémichon et Flanzzy). Les résultats sont à exprimer à la fois en cm³ de liqueur N et en bitartrate de potassium par litre.

Acide malique. En l'absence de méthodes facilement applicables et suffisamment exactes, la Commission réserve son opinion.

Acide lactique. En attendant la mise au point d'une méthode internationale, la Commission recommande d'employer soit la méthode de Bonifazi²⁾, si le vin renferme entre 1 et 4 grammes d'acide lactique et moins de 5 grammes de sucre, soit la méthode par oxydation chromique de Sémichon et Flanzzy³⁾.

Les résultats seront exprimés à la fois en centimètres cubes de liqueur N et en grammes d'acide lactique par litre.

Acide succinique. En attendant la mise au point d'une méthode internationale, la Commission recommande d'employer la méthode de Sémichon et Flanzzy⁴⁾, à la condition de vérifier la pureté du succinate d'ammoniaque obtenu (déduction des cendres ou extraction à l'éther et titrage au nitrate d'argent).

Acide citrique. Recherche qualitative par la méthode de Denigès ou la méthode de Stahre.

Glycérine. En attendant la mise au point d'une méthode internationale, la Commission recommande d'employer les méthodes par entraînement par la vapeur d'eau et dosage par oxydation chromique (méthode Ferré-Bourgès, modifiée par Sémichon et Flanzzy⁵⁾ ou méthode de von Fellenberg⁶⁾.

Potasse. De même que pour le dosage de l'acide tartrique, les méthodes par précipitation à l'état de bitartrate de potassium doivent être prosrites. — Employer la méthode de Sémichon et Flanzzy: dosage à l'état de perchlorate, après destruction de la matière organique par l'acide nitrique et le mercure.

Les résultats seront exprimés à la fois en centimètres cubes de liqueur normale et en grammes de bitartrate de potassium par litre. Ecart admissible 0,2 cm³ par litre.

Alcalinité des cendres. Opérer sur les cendres totales de 50 cm³ de vin, obtenues comme il est dit dans la méthode d'analyse rapide. Dosage titrimétrique en retour après dissolution dans l'acide sulfurique $\frac{n}{10}$, addition de chlorure de calcium, et en employant la phénolphthaléine comme indicateur.

²⁾ Trav. Chim. Alim., 1926, p. 9; 1929, p. 122 et 1932, p. 56. Ann. Fals., 1928, p. 75.

³⁾ Ann. Fals., 1932, n° 263.

⁴⁾ Ann. Fals., 1933, n° 263.

⁵⁾ Ann. Fals., n° 264 (décembre 1930).

⁶⁾ Chim. Indust., mars 1932, p. 686. Trav. Chim. Alim., 1931, p. 246.

Exprimer les résultats à la fois en cm^3 de liqueur normale, et en grammes de bitartrate de potassium par litre. Ecart admissible $0,5 \text{ cm}^3$.

Phosphore total. Détruire la matière organique par la méthode mercuro-nitrique et précipiter l'acide phosphorique par les méthodes classiques. Exprimer les résultats en grammes d'anhydride phosphorique par litre. Ecart admissible $0,010 \text{ g}$ par litre.

Sulfates. Précipitation à l'ébullition en milieu nettement chlorhydrique, par le chlorure de baryum, filtration, calcination et pesée. — Exprimer les résultats en grammes de sulfate neutre de potassium par litre. Ecart admissible $0,050 \text{ g}$.

Acidité fixe. Déterminer l'acidité fixe en retranchant de l'acidité totale, l'acidité volatile corrigée et l'acidité correspondant à l'anhydride sulfureux libre contenu dans le vin.

Exprimer les résultats de la même manière que pour les acidités totale et volatile.»

Indépendamment de ce qui précède, les experts ont émis les trois vœux suivants:

I.

«La Commission internationale d'experts pour l'étude de l'unification des méthodes d'analyse des vins, saisie d'une suggestion de la délégation espagnole;

Considérant que pour le dosage des divers acides organiques du vin, il est souhaitable qu'une méthode officielle uniforme soit employée dans tous les pays;

Emet le vœu que l'Office international du vin soit chargé, notamment par l'intermédiaire de ses comités techniques dans les pays adhérents à l'Office, d'ouvrir une enquête sur les procédés actuellement employés dans les laboratoires pour le dosage des divers acides organiques, en particulier des acides tartrique, malique, lactique et succinique.

Les résultats de cette enquête seront publiés dans le Bulletin international du vin.

Les experts réunis à Rome émettent le vœu qu'à la suite de cette enquête soit provoquée une nouvelle réunion d'experts pour l'unification, sur ce point, des méthodes d'analyse du vin.

Cette nouvelle conférence pourrait examiner les points sur lesquels la présente réunion n'a pas cru devoir encore se prononcer.

II.

La Commission considérant que dans les analyses courantes de vin l'exactitude des résultats à la 2^{me} décimale près est amplement suffisante, émet le vœu qu'à l'avenir les chimistes et les œnologues s'abstiennent de faire figurer sur les bulletins d'analyse courante une 3^{me} décimale sans aucun intérêt.

III.

La Commission considère qu'il y aurait intérêt dans une réunion ultérieure à examiner les méthodes de dosage des substances étrangères artificiellement introduites dans les vins, telles que les antiseptiques et les édulcorants. Toutefois elle croit devoir dès maintenant signaler le dosage de la sorbite comme permettant de déceler le mélange de cidre au vin naturel (méthode Werder).»

Il est incontestable que les résolutions adoptées sont de nature à donner satisfaction à notre pays, car elles ne modifieront pas profondément nos moyens d'investigation dans l'analyse des vins.

D'autre part, il faut noter que la plupart des méthodes proposées par la délégation suisse ont été acceptées à l'unanimité des experts.

Il est désirable qu'une conférence diplomatique internationale sanctionne les résolutions prises à Rome par les experts techniques. Il en résulterait certainement de gros avantages pour tous les pays, aussi bien consommateurs que producteurs de vins.

L. Benvegnin.

Vortragskurs über Abwasserfragen.

Am Samstag und Sonntag den 16. und 17. Juni fand in Baden unter dem Vorsitz des Herrn Dr. Charles Fauconnet, Adjunkt des Direktors des Eidgenössischen Gesundheitsamtes ein von der Schweizerischen Vereinigung für Gesundheitstechnik (SVG) veranstalteter Vortragskurs über das Abwasserproblem in der Schweiz statt, der von nahezu 200 Teilnehmern besucht war. Neben zahlreichen Mitgliedern der SVG wohnten der Veranstaltung bei: Vertreter der kantonalen und städtischen Behörden, zahlreiche Delegierte der eidgenössischen, kantonalen und kommunalen Verwaltungen, Professoren unserer Universitäten und technischen Hoch- und Mittelschulen, Vertreter der Vereinigung Schweiz. Strassen-Fachmänner, des Schweiz. Vereins von Gas- und Wasser-Fachmännern, der Konferenz schweiz. beamteter Kulturingenieure, der Schweiz. Gesellschaft für Kulturtechnik, eine stattliche Reihe von Ingenieuren und Spezialfachleuten für Projektierung und Bau von Kläranlagen, sowie auch Vertreter von abwassererzeugenden industriellen Betrieben.

Die Herren Prof. Silberschmidt von Zürich, Steinmann von Aarau, Präsident des Schweizerischen Fischereivereins; Herr Pelet, kantonaler Inspektor für Wasserwirtschaft in Lausanne; Herr Vouga, Fischereiinspektor für den Neuenburgersee; Herr Dr. Acklin aus Zürich, Herr Ingenieur Steiner aus Bern und Herr Dr. Surbeck, eidg. Fischereiinspektor in Bern, behandelten in ihren Vorträgen die verschiedenen Seiten des Abwasserproblems im allgemeinen und den gegenwärtigen Stand der Abwasserfrage in der Schweiz im besonderen.

Die überaus rege benützte Diskussion, die sich an die Referate anschloss, führte zu der Feststellung, dass die voneinander abweichenden