L'EXTRAIT SEC ET LE RAPPORT ALCOOL/EXTRAIT DES VINS SUISSES

J.-F. SCHOPFER et Z. LIPKA
Station fédérale de recherches agronomiques de Lausanne (Suisse)

Les auteurs ont analysé 424 vins blancs rouges et rosés tous originaires de Suisse et ils ont déterminé la répartition statistique du rapport alcool/extrait sec réduit. Ils ont montré que la valeur limite de ce rapport, fixée à 4 pour les vins rouges, permettait de mettre en évidence un enrichissement du vin rouge par sucrage du moût. La valeur de 5,6, admise en France pour les vins blancs secs, par contre, ne permet pas de détecter le sucrage des blancs suisses.

Les auteurs ont en outre pu montrer la précision, l'exactitude et la reproductibilité des méthodes d'analyse densimétrique de l'extrait total par pycnométrie (Méthode directe et méthode de Tabarié).

I. - INTRODUCTION

SUDRAUD et CLERMONT (1970) ont montré que la valeur maximum du rapport alcool/extrait sec réduit proposée par JAULMES et HAMELLE (4,0 pour les vins rouges et 5,6 pour les vins blancs) et figurant dans une circulaire du 2 mars 1965 (applicable en France) était respectée par les vins de la région bordelaise non enrichis.

Nous avons pensé qu'il serait intéressant de présenter les résultats des analyses effectuées sur des vins suisses, blancs et rouges, dont la législation permet un enrichissement par chaptalisation des moûts avant ou pendant la fermentation.

II. - MATERIEL ET METHODES

II.1. - Méthodes d'analyse.

Nous avons utilisé pour les dosages de l'extrait sec et de l'alcool les méthodes officielles du Manuel suisse des denrées alimentaires, chapitre 30 (1964). Ces méthodes sont conformes à celles du « Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins » de l'O.I.V.

Pour ce qui concerne le dosage de l'extrait sec total, nous avons utilisé les méthodes usuelles par pycnométrie (méthode directe et méthode de Tabarié) et la méthode de référence A3 de l'O.I.V. Nous les avons en outre comparées, à titre indicatif, à l'ancienne méthode par évaporation à 100 °C, depuis longtemps abandonnée en Suisse. Ces quatre méthodes sont brièvement rappelées :

II.1.1. - **Méthode de référence A3 de l'O.I.V.**

10 ml de vin sont déposés sur une bande de papier buvard enroulée dans une capsule en acier inoxydable munie d'un couvercle et préalablement tarée ; le tout est placé dans une étuve à vide, sous une pression absolue de 20 à 25 mm de mercure, dans un courant d'air sec ; le poids de l'extrait sec est déterminé après un temps suffisant (8 à 12 heures au moins) pour que la totalité de l'alcool et de l'eau ait été évaporée. Toutes les conditions opératoires sont strictement déterminées.

II.1.2. - **Méthode pycnométrique** par détermination de l'**extrait densimétrique direct** du vin débarrassé de son alcool.

Prélever un volume déterminé (100 ml) de vin (mesuré à T °C) dont on élimine par distillation l'éthanol et que l'on ramène au même volume (mesuré à la même température T °C) par addition d'eau distillée.

Mesurer par pycnométrie la densité relative apparente de cette solution à 20 °C ($D' \frac{20°}{20°}$). Calculer la teneur en extrait d'après la table de Plato, recalculée pour une température de 20 °C.

II.1.3. - **Méthode pycnométrique dite indirecte selon TABARIE.**

Déterminer par pycnométrie la densité relative apparente à 20 °C (D'_v) du vin débarrassé de son acide carbonique, d'une part, et la densité relative apparente à 20 °C (D'_a) du distillat hydroalcoolique de même titre alcoolique que le vin, d'autre part. La formule de TABARIE permet de calculer la densité relative apparente de l'extrait en solution aqueuse à 20 °C (D'_e)

$$D'_e = 1 + D'_v - D'_a$$

On calcule alors la teneur en extrait sec total du vin à 20 °C d'après la table de Plato (à 20 °C).

Pour ces deux méthodes, la teneur en extrait sec total est exprimée en g par litre de saccharose à 20 °C.

II.1.4. - **Ancienne méthode par évaporation à pression atmosphérique à 100 °C.**

Un volume déterminée de vin (10 ml ou 50 ml) est déposé dans une capsule de platine dite « capsule à vin », évaporé au bain-marie jusqu'à obtention d'un résidu sirupeux, puis séché à l'étuve à 100°-102 °C pendant deux heures et demie.

II.1.5. - **Pour le dosage de l'alcool.**

Nous utilisons la méthode par distillation et détermination de la densité relative apparente à 20 °C du distillat hydroalcoolique ramené au même volume que le vin de départ (à la même température). La teneur en alcool est obtenue au moyen d'une table de teneur en alcool à 20 °C en fonction de la densité relative du distillat.

Extrait et alcool sont donc dosés à la température de 20 °C.

II.2. - **Matériel.**

Nous avons étudié environ 715 échantillons de vins provenant de pratiquement toutes les régions viticoles de Suisse : vins de producteurs privés, de marchands de vin et vins de notre Station de recherches de Lausanne (Domaines de Pully, de Changins et du Tessin). Une grande partie de ces échantillons est constituée par les vins suisses destinés à l'exportation et qui doivent être munis d'un certificat d'analyse conforme aux exigences du Marché commun.

III. - RESULTATS

III.1. - **Comparaison des méthodes d'analyse.**

III.1.1. - L'ancienne **méthode par évaporation à 100 °C** a été définitivement abandonnée parce qu'elle donne des résultats faux, trop faibles et non reproductibles, ce que l'on savait déjà depuis longtemps (Ribéreau-Gayon et Peynaud, 1961).

La figure 1 montre l'évolution du poids sec du vin soumis à l'évaporation en fonction du temps. On voit que la diminution de poids n'est pas la même pour une prise de 10 ml ou de 50 ml et qu'une durée de 100 heures est tout juste suffisante pour obtenir un poids constant à partir de 10 ml ; la valeur de l'extrait sec ainsi obtenu est de plus de 10 g par litre inférieure à l'extrait sec total obtenu par la méthode de référence A3 de l'O.I.V. Cette méthode devrait être abandonnée définitivement par tous les pays viticoles.

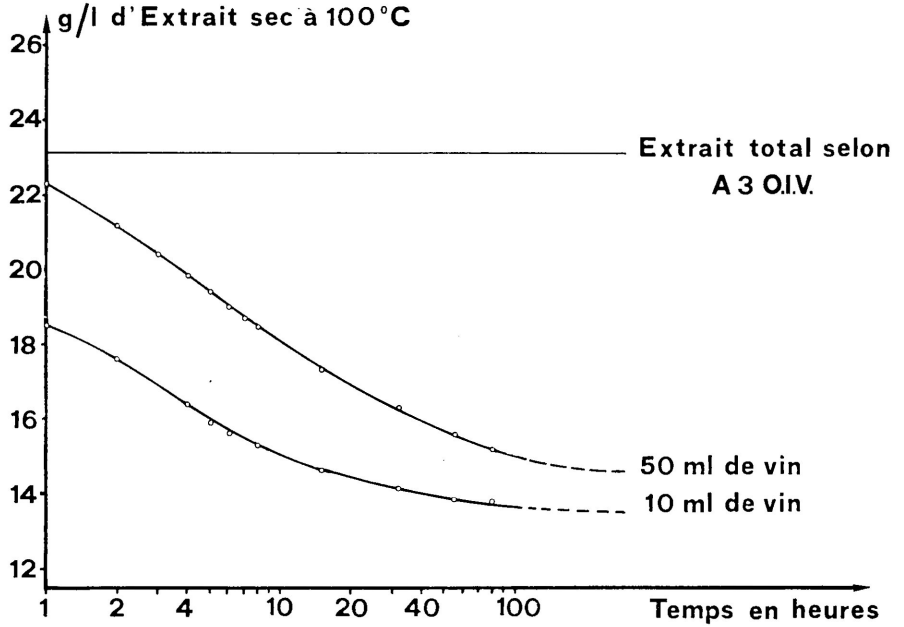


Fig. 1. — Evolution dans le temps du poids sec du vin évaporé à 100° - 102° C dans une capsule à vin.

III.1.2. - **Méthode densimétrique selon TABARIE.**

Cette méthode a été appliquée sur 60 vins simultanément avec celle de référence (A3 O.I.V.). La figure 2 nous donne l'histogramme de la répartition du rapport des résultats de ces deux méthodes pour 79 vins. La répartition des fréquences est tout à fait normale (test du chi carré).

Caractéristiques statistiques de l'échantillon :

Nombre de vins		79	
Moyenne	$\bar{x}$	= 0,9987	
Ecart-type	s	= 0,0108	(pour l'échantillon)
Ecart-type	σ	= 0,0109	(estimation pour la population)

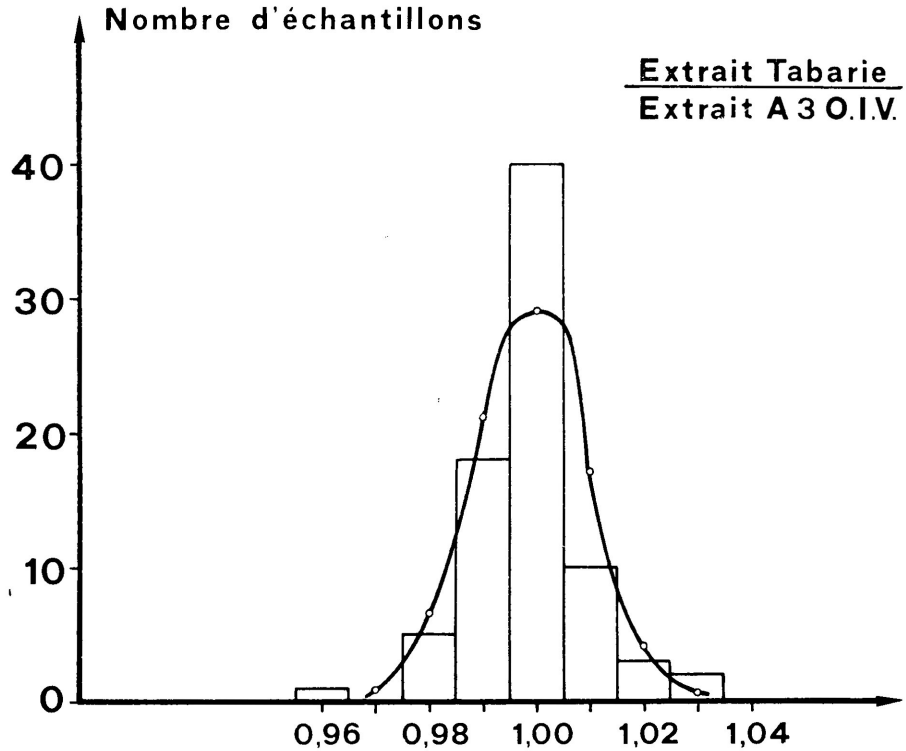


Fig. 2. — Histogramme représentant la répartition des valeurs du rapport extrait sec selon Tabarié / extrait sec selon la méthode de référence A 3 O.I.V.

On peut constater que la méthode de TABARIE est à la fois exacte, précise et fidèle. En effet, la moyenne de l'échantillon est égale pratiquement à 1 (à 1 millième près). Cela signifie que la méthode donne les mêmes résultats que la méthode de référence. De plus, l'écart-type de l'échantillon est très faible puisqu'il représente 1 p. 100 de la moyenne ; les valeurs obtenues par la méthode de Tabarié ne différeront donc de plus de 3 p. 100 par rapport à la méthode de référence que dans un cas sur 100, ce qui est excellent. Enfin, le type de vin — blanc, rosé ou rouge — ne modifie pas la valeur du rapport. Nous n'avons cependant pas effectué cette comparaison sur des vins blancs doux, notre pays ne produisant que très peu de vins de ce type-là.

III.1.3. - **Méthode densimétrique directe.**

Cette méthode a été comparée à celle de Tabarié. La figure 3 nous donne le rapport des résultats de ces deux méthodes pour 60 vins.

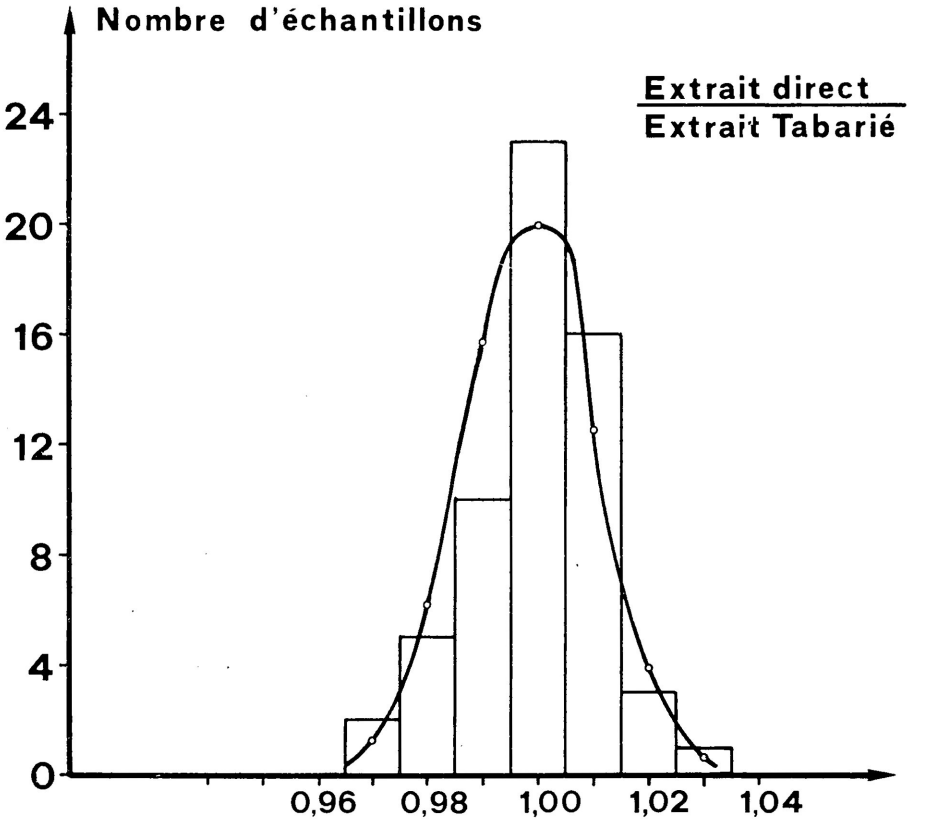


Fig. 3. — Histogramme du rapport entre les résultats de la méthode pycnométrique directe et la méthode pycnométrique de TABARIE.

Dans ce cas, à nouveau, on constate que la méthode est exacte, reproductible et fidèle.

Caractéristiques statistiques de l'échantillon :

Nombre de vins		60	
Moyenne	$\bar{x}$	= 0,9998	
Ecart-type	s	= 0,0119	(échantillon)
Ecart-type	σ	= 0,012	(estimation pour la population)

La répartition est à nouveau conforme à la courbe normale de Laplace-Gauss ; les résultats sont identiques à ceux de la méthode de référence avec une déviation standart de $\pm$ 2 p. 100 environ.

On peut donc admettre que les méthodes densimétriques de détermination de l'extrait sec total, directement sur le résidu de la distillation et par la méthode de Tabarié, donnent des résultats identiques à ceux de la méthode de référence, avec précision et une excellente reproductibilité.

III.2. — **Le rapport alcool/extrait sec réduit.**

L'alcool est déterminé et exprimé en g par litre à la température de 20 °C. L'extrait sec réduit (E.S.R.) est obtenu en soustrayant de l'extrait sec total obtenu par l'une des deux méthodes usuelles ci-dessus les sucres réducteurs dépassant 1 g par litre. Le dosage des sucres réducteurs se fait par la méthode du « Clinitest » (SCHOPFER, 1971) pour les vins secs ayant moins de 1 g par litre de sucres et par la méthode de LUFF-SCHORL pour les vins en ayant plus de 1 g par litre (méthode O.I.V. A 4 C).

La méthode du « Clinitest » permet de distinguer assez facilement les vins ayant une teneur en sucres inférieure à 1 g par litre par rapport à ceux en contenant plus de 1 g par litre.

Les analyses ont porté sur 424 vins blancs que nous avons séparés en trois catégories :

— vins blancs de Chasselas 327 vins

— vins blancs de Sylvaner 72 vins

— vins blancs de cépages spéciaux 25 vins
(Pinot blanc, Chardonnay, Ermitage, etc.)

et sur 291 vins rouges et rosés des cépages Gamay, Pinot noir et Merlot, répartis en

— rosés 59 vins

— rouges 232 vins

Les figures 4, 5 et 6 donnent l'histogramme du rapport alcool/E.S.R. pour les 3 catégories de vin blanc et la courbe de répartition normale de Laplace-Gauss correspondant aux caractéristiques statistiques des échantillons.

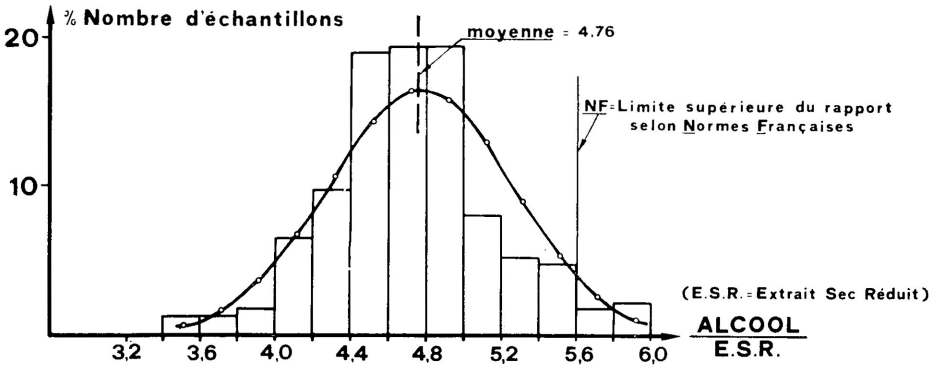


Fig. 4. — CHASSELAS Valeurs du rapport Alcool/E.S.R.

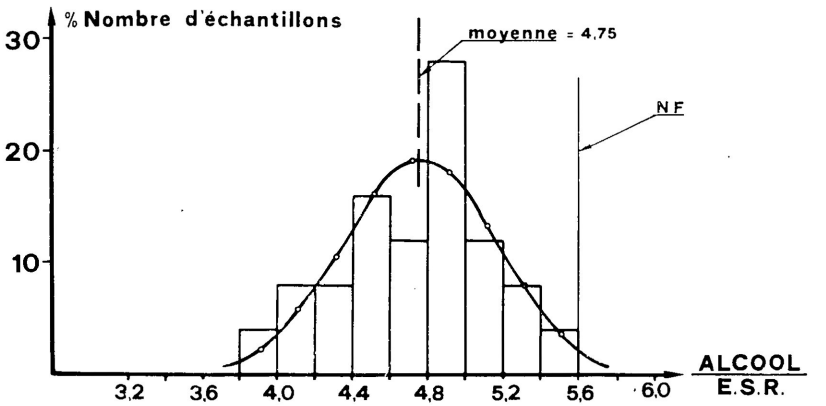


Fig. 5. — SPECIALITES BLANCHES.

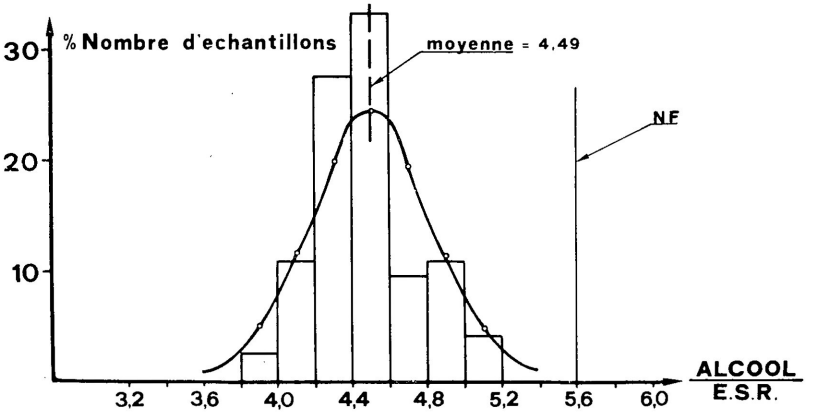


Fig. 6. — SYLVANER Valeurs du rapport Alcool/E.S.R.

Les figures 7 et 8 donnent de la même façon les histogrammes et les courbes de Laplace-Gauss pour les vins rouges et rosés.

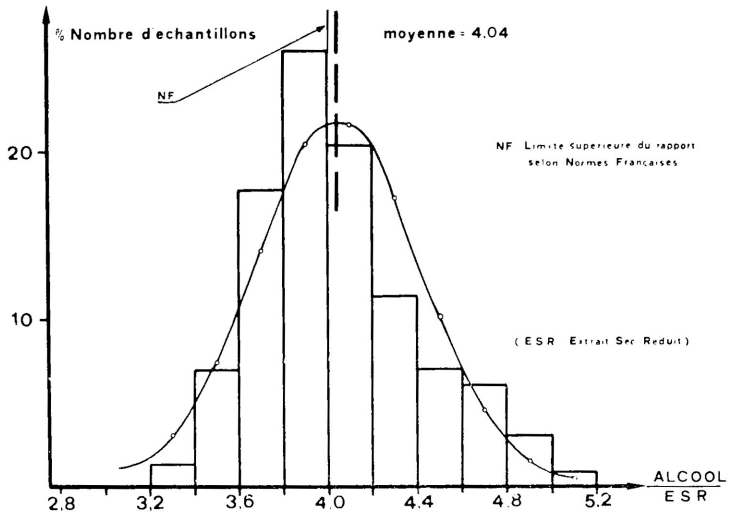


Fig. 7. — VINS ROUGES Valeurs du rapport Alcool/E.S.R.

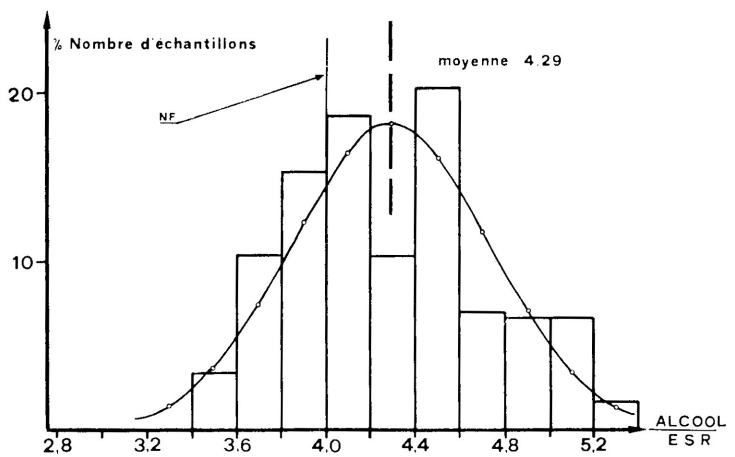


Fig. 8. — VINS ROSES Valeurs du rapport Alcool/E.S.R.

Une première constatation peut être faite : la répartition des valeurs du rapport correspond assez bien à une répartition normale de Laplace-Gauss sauf pour le Chasselas où la répartition semble présenter quelques anomalies (échantillons plus nombreux près de la moyenne).

Le tableau I donne les caractéristiques statistiques essentielles de ces répartitions.

TABLEAU I

Caractéristiques statistiques correspondant aux figures 4 à 8

	Chasselas	Cépages blancs spéciaux	Sylvaner	Pinot Gamay Merlot	Rosés
Nombre de vins analysés	335	25	70	232	59
Moyenne du rapport alcool/E.S.R.	4,76	4,75	4,49	4,04	4,29
Ecart-type de l'échantillon	0,496	0,413	0,341	0,366	0,440
Ecart-type estimé de la population	0,496	0,421	0,344	0,367	0,444
Nombre d'échantillons dépassant les limites (blancs 5,6 rouges 4,0)	11 (3,3 p. 100)	1 (4 p. 100)	0	112 (48,4 p. 100)	42 (71 p. 100)

IV. - DISCUSSION

Le sucrage des moûts par chaptalisation étant autorisé en Suisse, on peut admettre que plus de 80 p. 100 des vins analysés ont reçu du sucre dans des proportions allant de 0,5 p. 100 à 3 p 100 ; ce taux de 3 p. 100 (3 kg de sucre par hl de moût) est d'ailleurs rarement atteint. Tous ces vins sont donc enrichis, les vins blancs, notamment le Chasselas, dans une proportion en général un peu plus élevée que les vins rouges.

Les résultats de nos analyses montrent que le rapport alcool/E.S.R. des vins blancs est en dessus de la limite admise en France, pour 12 vins sur 430 vins, soit dans 2,8 p. 100 des cas. Cette valeur correspond assez exactement à la probabilité qu'un vin ait par hasard un rapport alcool/extrait réduit dépassant la valeur de la moyenne additionnée de 2 écart-types.

Moyenne des vins blancs	4,72
2 écart-types : 2 × 0,45	0,90
Limite supérieure (95 %)	5,62

Il s'ensuit que l'on peut statistiquement admettre que les 11 vins ayant dépassé la limite de 5,6 peuvent difficilement être considérés comme

frauduleux : ils représentent la probabilité que l'on avait dans un échantillon normal de trouver des vins différents de plus de deux écarts-types de la moyenne.

En d'autres termes, la valeur limite de 5,6 pour le rapport alcool/extrait réduit ne permet pas de déceler l'enrichissement des vins blancs analysés, enrichissement pourtant certain. Nous devons admettre que, pour ce type de vins et de vinification, cette valeur limite est trop élevée.

En ce qui concerne les vins rouges, par contre, on constate que la moyenne des rapports pour les vins suisses est égale à la valeur de la limite supérieure adoptée en France selon la circulaire du 2 mars 1965. Cela signifie donc que la détermination du rapport alcool/extrait sec réduit permet d'établir que la moitié des vins rouges suisses analysés ont été enrichis (par chaptalisation), ce qui a vraisemblablement été le cas lors des vendanges.

Quant aux vins rosés, nous constatons qu'ils occupent une position intermédiaire entre les vins rouges et les vins blancs avec une valeur moyenne du rapport de 4,29. Il serait indiqué de leur appliquer une limite intermédiaire entre celle des vins rouges et celle des vins blancs.

Le tableau II donne les valeurs minimums de l'extrait des vins blancs et rouges, en fonction de leur degré alcoolique pour la valeur limite du rapport extrait/alcool.

TABLEAU II

Valeur minimum de l'extrait sans sucre (en g par litre)

Degrè alcoolique du vin	10°	11°	12°	13°
Extrait réduit minimum pour les vins blancs (rapport = 5,6)	14,3	15,7	17,2	18,6
Extrait réduit minimum pour les vins rouges (rapport = 4,0)	20,0	22,0	24,0	26,0

Par une récente enquête (LIPKA, SCHOPFER, 1972 et 1973), nous avons pu montrer que les extraits des vins suisses avaient les valeurs suivantes :

Chasselas	19,4 g/l ± 4,7
Sylvaner	23,0 g/l ± 3,0
Rouges (Gamay + Pinot + Merlot)	24,5 g/l ± 4,8

D'autre part, on peut estimer que les teneurs en alcool, sans sucrage, de ces cépages auraient les valeurs suivantes :

Rouges	11° ± 2°
Sylvaner	11° ± 1°
Chasselas	10° ± 2°

La limite de 4,0 pour les vins rouges correspond ainsi à la réalité des vins suisses, mais la valeur de 5,6 pour les vins blancs secs permet un enrichissement par sucrage correspondant à plus de 1° d'alcool après fermentation.

V. - **CONCLUSIONS**

Les méthodes densimétriques de détermination de l'extrait sec total par pycnométrie sont d'une exactitude et d'une précision remarquables. Elles donnent le même résultat que la méthode de référence internationale. Le 95 p. 100 des résultats diffèrent de moins de 2 p. 100 de la valeur de référence et le 65 p. 100 de moins de 1 p. 100.

Le calcul du rapport alcool/extrait sec réduit pour les vins blancs a montré qu'une valeur limite de 5,6 pour ce rapport ne permet pas de mettre en évidence des enrichissements dus à des sucrages jusqu'à 3 p. 100. Ce résultat confirme ceux de SUDRAUD et CLERMONT qui ont montré que la valeur maximum pour des vins blancs secs dans leurs analyses était de 5,1.

Pour les vins rouges, une valeur limite de 4,0 a permis de mettre en évidence que le 50 p. 100 des vins suisses analysés avait subi un enrichissement. Cette valeur paraît donc valable.

Les vins rosés ont une valeur moyenne du rapport qui se situe entre celle des vins blancs et celle des vins rouges.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

FRENCZI S. et TUZSON J., 1969. Vergleich von Extraktbestimmungen. **Mittl. Rebe und Wein Klosterneuburg, 19,** 305-312.

LIPKA Z. et SCHOPFER J.-F., 1972. L'extrait total des vins suisses. **Rev. suisse de Vitic., Arboric. et Hortic.,** IV, **3,** 96-100.

LIPKA Z. et SCHOPFER J.-F., 1973. L'extrait des vins suisses. **Trav. Chim. Alim.** (à paraître).

MATTHEY E., RENTSCHLER H., SCHOPFER J.-F., 1971. Extrakt Bestimmungen in Weinen. **Trav. Chi. Alim., 62** (2), 101-110.

M.D.A., **Manuel suisse des denrées alimentaires,** 1969-1973. Vol. I et Vol. II. chapitre 30. Ed. Centrale fédérale des Imprimés, Berne.

O.I.V., **Recueil des méthodes internationales d'analyses des vins,** 1962. Ed. Office International de la Vigne et du Vin, Paris.

RIBEREAU-GAYON J. et PEYNAUD E., 1958. **Analyse et contrôle des vins.** Ed. Ch. Béranger, Paris.

RIBEREAU-GAYON J. et PEYNAUD E., 1961. **Traité d'Œnologie.** Ed. C. Béranger, Paris.

SCHOPFER J.-F., 1971. Détermination rapide du sucre résiduel dans les vins par la méthode du « Clinitest ». **Rev. Suisse Vitic., Arboric. et Hortic.,** III (2), 41-42.

SUDRAUD P. et CLERMONT S., 1970. Les différentes techniques de détermination de l'extrait sec des vins. **Conn. Vigne Vin,** n° 3, 299-305.