

Getränkeanalytik

Détermination de la teneur en alcool dans les liqueurs, les eaux-de-vie sucrées, les mélanges de spiritueux et dans les distillats vieillis en fûts de bois

Version 08_2017

Page 1/2

Informations techniques et conseils d'utilisation

Remarques générales :

La teneur en alcool des boissons spiritueuses composées d'autres ingrédients que le distillat alcoolique et l'eau ne peut pas être déterminée directement par aréométrie. En effet, les substances extractives (sucres, protéines, tanins, etc.) contenues dans ces liquides faussent le résultat de la mesure.

La déclaration de la teneur en alcool de toutes les boissons spiritueuses doit être effectuée avec une tolérance maximale de $\pm 0,3$ % vol. d'alcool. Cette précision exigée par le législateur peut tout à fait être obtenue par une **distillation d'échantillon** soigneusement effectuée pour séparer l'extrait gênant et par une mesure ultérieure du distillat obtenu avec des alcoomètres de l'UE.

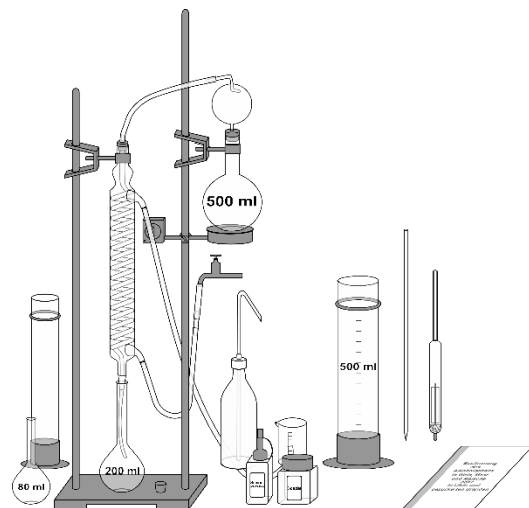
En raison de leur consistance épaisse et de leur teneur élevée en sucre, les liqueurs posent des problèmes pour la détermination de l'alcool. Il suffit de mesurer la quantité d'échantillon à distiller pour que de petites erreurs entraînent des résultats imprécis.

Comme le volume des liquides alcoolisés augmente fortement avec la température, il est indispensable de tempérer avec précision l'échantillon de spiritueux à 20°C avant de mesurer la quantité à distiller. La distillation s'avère difficile si l'échantillon n'est pas suffisamment dilué avec de l'eau, car la liqueur a tendance à brûler au fond du ballon. Si l'on mesure trop d'échantillon ou si l'on obtient trop peu de distillat, la teneur en alcool obtenue sera trop faible.

La méthode décrite ci-dessous tient compte des particularités mentionnées des liqueurs et autres boissons spiritueuses extraites riches en alcool et doit être suivie à la lettre afin d'obtenir la précision souhaitée.

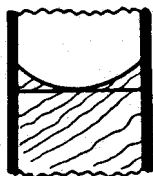
Construction de l'appareil de distillation d'échantillon :

- Visser les tiges dans la plaque de fond.
- Sur la tige la plus longue, fixer la source de chaleur (plaque chauffante SH 85 ou brûleur à gaz avec filet en céramique sur l'anneau) et la pince ronde à ouverture rapide pour le ballon de distillation.
- Fixer le serpentin à la tige la plus courte à l'aide de la pince ronde. La coupe standard doit être orientée vers le haut.
- Raccorder le refroidisseur à la conduite d'eau à l'aide des tuyaux et des pièces de transmission fournis. L'arrivée d'eau se fait sur la tubulure inférieure, l'évacuation sur la tubulure latérale supérieure du refroidisseur.
- Fixer l'embout de distillation avec le bouchon à l'extrémité du tuyau en silicone dans la coupe du refroidisseur et suspendre d'abord l'écumoire sans serrer dans la pince ronde pour le piston de distillation.



Réalisation de la détermination de l'alcool :

- Tempérer l'échantillon (env. 100 ml) dans un récipient fermé **exactement à 20°C** (env. 30 minutes au bain-marie).
- Dans l'éprouvette graduée de 500 ml, verser 240 ml d'eau distillée jusqu'au repère. Verser de l'eau dans le cylindre. Cette eau sert à rincer sans résidu la fiole jaugée de 80 ml avec laquelle l'échantillon est mesuré.
- Introduire l'échantillon tempéré dans la fiole jaugée de 80 ml propre et sèche à l'aide de la coupe de Griffin ou de l'entonnoir, en évitant autant que possible la **formation de bulles**, et ce exactement jusqu'à la marque annulaire et sans mouiller la paroi intérieure du col au-dessus de la marque annulaire.
- Si nécessaire, ajuster la surface bombée de l'échantillon (ménisque) dans le col du ballon jaugé de 80 ml exactement sur la marque annulaire à l'aide de la pipette de réglage poly (voir le schéma ci-dessous).

Ablesung

"Meniskus auf Marke"

- Transférer l'échantillon de liqueur mesuré sans perte de la fiole jaugée dans le ballon à distiller.
- Pour le rinçage, remplir la fiole jaugée avec de l'eau provenant de l'éprouvette graduée de 500 ml, agiter et transférer le liquide de rinçage dans le ballon à distiller. Répéter l'opération jusqu'à ce que l'eau distillée ait été utilisée. L'eau doit se trouver entièrement dans le ballon de distillation.
- Pour éviter la combustion et la formation de mousse lors de la distillation, ajouter 8 à 10 granulés de type A et 2 à 3 gouttes de solution antimousse de silicone dans le ballon de distillation.
- Verser environ 5 ml d'eau distillée dans la fiole propre (fiole jaugée de 200 ml). Verser de l'eau dans la fiole et le placer sous le réfrigérant de manière à ce que le mince tuyau en silicone à la sortie du réfrigérant pénètre dans l'eau.
Pour éviter toute perte d'alcool par évaporation, il est recommandé de placer la fiole jaugée dans un récipient rempli d'un mélange d'eau et de glace. La fiole doit être lestée avec des anneaux de plomb pour qu'il ne tombe pas.
- Relier le ballon de distillation à l'embout de distillation et le fixer à la tige en veillant à l'étanchéité absolue des raccords entre le bouchon en silicone et le verre rodé.
- Mettre en marche le refroidissement à l'eau.
- Mettre en marche la source de chaleur (plaque chauffante SH 85 au niveau 12 pour les échantillons faciles à distiller (par exemple les liqueurs de fruits) ; chauffer lentement les liqueurs à base d'émulsion, en particulier les liqueurs à base d'œufs, à un niveau plus faible, en faisant pivoter le ballon de temps à autre).

- Dès que la fiole jaugée est à moitié rempli, la positionner, ainsi que le réfrigérant, de manière à ce que le tuyau en silicone à l'extrémité du réfrigérant n'atteigne plus que la marque de la jauge dans la fiole et que le distillat puisse s'égoutter librement.
- Dès que le distillat se trouve dans la fiole jaugée jusqu'à environ 1-2 cm sous la base du col (après environ 40-50 minutes), terminer la distillation comme suit :
 - Desserrer le bouchon en silicone en haut du réfrigérant, de sorte que l'air entre et que le distillat restant s'écoule du réfrigérant,
 - Retirer le piston collecteur,
 - Couper la source de chaleur et l'eau de refroidissement.
- Remplir la fiole jaugée de distillat avec de l'eau distillée jusqu'à ce qu'il se trouve juste en dessous du repère annulaire.
- Fermer hermétiquement la fiole jaugée avec le bouchon en caoutchouc, agiter, puis tempérer à 20°C (au moins 30 minutes au bain-marie).
- Ajouter de l'eau distillée. Remplir d'eau exactement jusqu'à la marque de la jauge, refermer le ballon et bien agiter à nouveau.
- Transvaser complètement le distillat dans le cylindre propre et sec.
- Déterminer la teneur en alcool à l'aide d'un alcoomètre de la classe III de l'UE selon la norme DIN 12803. Lire la température de l'échantillon et, le cas échéant, effectuer une correction de température à l'aide des tables officielles d'alcool.
- Multiplier la valeur mesurée du distillat (%vol. A) à 20°C par un facteur de 2,5 pour calculer ainsi la teneur en alcool de l'échantillon analysé :

Par ex.:

$$\text{Valeur mesurée } 10 \text{ \%vol. A} \times 2,5 = 25 \text{ \%vol. A}$$

Comme les alcoomètres de la classe III de l'UE ne couvrent qu'une plage de mesure de 5 % vol, trois alcoomètres sont nécessaires pour mesurer les liqueurs et les boissons spiritueuses extraites. Le tableau suivant indique les plages de mesure et les alcoomètres nécessaires.

Teneur en alcool de la liqueur / du spiritueux	Alcoomètre de Classe UE III requis
14,0 - 25,0 %vol. A	5 - 10 %vol. A
25,0 - 37,5 %vol. A	15 - 20 %vol. A
37,5 - 50,0 %vol. A	10 - 15 %vol. A

Remarque:

En divisant par deux tous les volumes mentionnés, la durée de la distillation est réduite de moitié environ. On obtient ainsi 100 ml de distillat à partir de 40 ml d'échantillon et de 125 ml d'eau. Celui-ci est filé à l'aide d'un alcoomètre pour 100 ml de distillat dans un cylindre de 250 x 30 mm.

Pour mesurer 40 ml d'échantillon, on a besoin d'une fiole jaugée de 40 ml au lieu de 80 ml. Pour les échantillons de 200 ml, on utilise une fiole jaugée de 100 ml au lieu d'une fiole jaugée de 200 ml.