



CIRCULAIRE DA 210-3

Octobre 2000

LIGNES DIRECTRICES SUR LA DÉTERMINATION DE L'ALCOOL

PROTOCOLE DE TITRAGE ALCOOMÉTRIQUE AUX FINS DE L'ACCISE AU MOYEN D'UN DENSIMÈTRE NUMÉRIQUE PAR LA MÉTHODE DE LA MASSE VOLUMIQUE DANS L'AIR

INTRODUCTION

Ce protocole a pour objet d'indiquer la façon de procéder, aux fins de l'accise, à la mesure des titres alcoométriques au moyen d'un densimètre numérique (DN).

Ce protocole se veut un supplément aux instructions générales d'installation et de fonctionnement fournies dans le manuel du fabricant du DN. Il comprend aussi des directives détaillées concernant différents modèles de densimètres numériques (voir Appendice 1).

Le protocole comporte deux parties :

Partie A - Instructions permettant aux utilisateurs de se servir de l'appareil de façon acceptable pour le ministre de l'Agence des douanes et du revenu du Canada afin d'obtenir le titrage alcoométrique d'eaux-de-vie non obscurcies, de distillats de bière, de liqueurs, etc.; et

Partie B - Les informations à enregistrer et qui doivent être disponibles aux fins de vérification par les préposés de l'accise.

Le détenteur de licence doit immédiatement informer le ministre, par l'entremise d'un préposé de l'accise, si une procédure quelconque de ce protocole s'avère, en tout temps, contraire aux instructions du fabricant concernant le fonctionnement de l'instrument. De plus, le détenteur de licence doit cesser d'utiliser ce protocole en attendant d'autres instructions du ministre.

PORTÉE

Ce protocole vise à permettre un titrage alcoométrique précis des eaux-de-vie, conformément au Règlement ministériel sur la détermination de l'alcool, 1997. La procédure a été vérifiée sur la plage de masse volumique (masse volumique dans l'air) allant de 0,7882 g/cm³ à 0,9971 g/cm³.

La plupart des DN peuvent déterminer la masse volumique dans l'air et la masse volumique in vacuum du liquide concerné. La Table canadienne d'alcoométrie de laboratoire, 1996 est fondée sur des valeurs de masse volumique dans l'air. Le détenteur de licence doit s'assurer que le DN indique la masse volumique dans l'air de son échantillon.

PARTIE A: INSTRUCTIONS PERMETTANT AUX UTILISATEURS DE SE SERVIR DE L'APPAREIL DE FAÇON ACCEPTABLE POUR LE MINISTRE DE L'AGENCE DES DOUANES ET DU REVENU DU CANADA AFIN D'OBTENIR LE TITRAGE ALCOOMÉTRIQUE D'EAUX-DE-VIE NON OBSCURCIÉS, DE DISTILLATS DE BIÈRE, DE LIQUEURS, ETC.

1. APPAREILS ET RÉACTIFS

- 1.1 Un DN muni d'un bain-marie à température contrôlée et d'un thermomètre étalonné permettant de lire une température de $20^{\circ}\text{C} \pm 0,01^{\circ}\text{C}$, ou d'un détecteur de température de précision intégré, étalonné à $20^{\circ}\text{C} \pm 0,01^{\circ}\text{C}$ et d'un thermostat intégré. Le DN doit être installé sur une surface solide qui ne vibre pas, loin de toute source de chaleur et de la lumière solaire directe. Idéalement, il devrait être situé dans un environnement dont la température est d'environ 20°C . Le DN peut être muni d'un échantillonneur automatique (optionnel).

Pour servir au titrage d'alcool aux fins de l'accise, le DN doit être un densimètre numérique “ approuvé ” comme l'exige le Règlement ministériel sur la détermination de l'alcool, 1997.

- 1.2 Des seringues jetables, ayant une capacité de 10 mL à 20 mL ou un échantillonneur automatique approprié.
- 1.3 “ L'eau bidistillée fraîchement bouillie ” est une eau qui a été fraîchement bouillie après avoir été :
- distillée deux fois; ou
 - distillée une fois puis déminéralisée; ou
 - déminéralisée et traitée par un filtre pour enlever les matières organiques, et qui possède une résistivité d'au moins 17,5 mégohms/cm.
- 1.4 L'eau déminéralisée ou l'eau distillée, qui seront appelées ci-après “ eau distillée ”.
- 1.5 Acétone ou méthanol (de qualité supérieure “ reagent grade ”) - pour assécher la cellule à mesures.

2. *FONCTIONNEMENT*

- 2.1 Brancher l'instrument et le laisser se stabiliser à $20^{\circ}\text{C} \pm 0,01^{\circ}\text{C}$ pendant au moins une heure avant de l'utiliser. Il est préférable de le laisser en fonction 24 heures sur 24.
- 2.2 Étalonner l'instrument uniquement si la masse volumique dans l'air lue pour de l'eau bidistillée fraîchement bouillie à $20^{\circ}\text{C} \pm 0,01^{\circ}\text{C}$ se situe à l'extérieur de la plage $0,99715 \text{ g/cm}^3 \pm 0,00001 \text{ g/cm}^3$.

3. *ÉTALONNAGE*

- 3.1 Laver la cellule avec une quantité suffisante d'acétone ou de méthanol pour entraîner complètement toute trace de l'échantillon précédent, et assécher complètement avec un courant d'air pendant au moins une minute.
- 3.2 Étalonner l'instrument en suivant la procédure du fabricant et s'assurer que les valeurs d'étalonnage pour l'air et l'eau bidistillée fraîchement bouillie sont respectivement $0,00000 \text{ g/cm}^3$ et $0,99715 \text{ g/cm}^3 \pm 0,00001 \text{ g/cm}^3$ à $20^{\circ}\text{C} \pm 0,01^{\circ}\text{C}$. Ces valeurs doivent être introduites dans le DN comme la masse volumique dans l'air de l'air et de l'eau¹. Qui plus est, toutes les fonctions de compensation du DN, p. ex., la compensation de viscosité, doivent être éliminées pour que la masse volumique dans l'air mesurée soit correcte.
- 3.3 Si l'étalonnage est raté, essayer avec un nouvel échantillon d'eau bidistillée fraîchement bouillie; s'assurer de l'absence de petites bulles d'air; contrôler le réglage de la température; vérifier l'étalonnage; ou consulter le manuel du fabricant.

¹ Voir Appendice 1 - Instructions pour divers modèles de DN

- 3.4 Après l'étalonnage, vérifier de nouveau la masse volumique dans l'air de l'eau bidistillée fraîchement bouillie à $20^{\circ}\text{C} \pm 0,01^{\circ}\text{C}$. La valeur lue devrait être $0,99715 \text{ g/cm}^3 \pm 0,00001 \text{ g/cm}^3$. Pour l'eau distillée, la valeur lue devrait être $0,99715 \text{ g/cm}^3 \pm 0,00002 \text{ g/cm}^3$. Dans le cas contraire, vérifier la procédure d'étalonnage et refaire l'étalonnage. Enregistrer toute mesure corrective utilisée afin de faire fonctionner le DN correctement.

4. TITRAGE D'UN ÉCHANTILLON

- 4.1 Au début de chaque journée, mesurer et enregistrer la masse volumique dans l'air de l'eau bidistillée fraîchement bouillie. Si la valeur lue se situe à l'extérieur de la plage de $0,99715 \text{ g/cm}^3 \pm 0,00001 \text{ g/cm}^3$ refaire l'étalonnage de l'instrument. Enregistrer toute mesure corrective utilisée afin de faire fonctionner le DN correctement.
- 4.2 Dès que vous êtes confiants que les valeurs du DN se situent à l'intérieur de la plage allouée pour de l'eau bidistillée fraîchement bouillie, mesurer et enregistrer les masses volumiques des échantillons.
- 4.3 Mesurer et enregistrer les masses volumiques dans l'air des échantillons d'eau bidistillée fraîchement bouillie après chaque tranche de 20 échantillons ou après chaque tranche de 3 heures (le premier des deux prévalant). Si la valeur lue se situe à l'extérieur de la plage de $0,99715 \text{ g/cm}^3 \pm 0,00001 \text{ g/cm}^3$ refaire l'étalonnage de l'instrument.

Si les critères 4.1 ou 4.3 ne peuvent être respectés, consultez votre gestionnaire du contrôle de la qualité, car les résultats obtenus peuvent ne pas être acceptables pour le ministre.

PARTIE B *INFORMATIONS À ENREGISTRER ET QUI DOIVENT ÊTRE DISPONIBLES AUX FINS DE VÉRIFICATION PAR LES PRÉPOSÉS DE L'ACCISE.*

1. Chaque jour où vous utilisez l'instrument pour mesurer des titres alcoométriques aux fins de l'accise, enregistrer les paramètres suivants :
 - 1.1 la date;
 - 1.2 le nom de l'opérateur;
 - 1.3 la masse volumique dans l'air de l'eau bidistillée fraîchement bouillie, précise à la 5e décimale, ainsi que toute mesure corrective;
 - 1.4 la masse volumique dans l'air des échantillons, précise à la 5e décimale, et, si disponible, la lecture du titre alcoométrique; et
 - 1.5 la masse volumique dans l'air de l'eau bidistillée fraîchement bouillie, précise à la 5e décimale, après chaque tranche de 20 échantillons ou après chaque tranche de 3 heures (le premier des deux prévalant), ainsi que toute mesure corrective;

APPENDICE

Appendice no. 1

INSTRUCTIONS POUR DIVERS MODÈLES DE DN

Le tableau suivant donne des instructions précises de fonctionnement pour divers modèles de densimètres numériques:

Le DMA 58 d'Anton Parr:

Utilisez les fonctions F102 et F103 pour introduire les valeurs d'étalonnage pour l'air ($0,00000 \text{ g/cm}^3$) et l'eau bidistillée fraîchement bouillie ($0,997150 \text{ g/cm}^3$). Les fonctions F100 et F101 ne peuvent être utilisées, car elles servent au calcul d'une masse volumique corrigée, ce qui n'est pas acceptable aux fins de l'accise.

Le DMA 5000 d'Anton Parr:

Utilisez le " Special Adjustment " sous le " User functions " afin d'introduire les valeurs d'étalonnage sous " Adjust " (" density standard 1 ") pour l'air ($0,000000 \text{ g/cm}^3$) et (" density standard 2 ") pour l'eau bidistillée fraîchement bouillie ($0,997150 \text{ g/cm}^3$). La lecture est obtenue sous " special adjustment 0 " qui peut être appelé " masse volumique dans l'air ". Les masses volumiques pour l'air et l'eau bidistillée fraîchement bouillie fournies par le DMA 5000 sont inacceptables, car elles servent au calcul d'une masse volumique corrigée, ce qui n'est pas acceptable aux fins de l'accise;

Le DA-310 de Kyoto Electronics:

Inscrivez la valeur de STD 1 pour l'air ($0,00000 \text{ g/cm}^3$) et la valeur de STD 2 pour l'eau bidistillée fraîchement bouillie ($0,99715 \text{ g/cm}^3$).

Le DE50 de Mettler Toledo:

Appuyez sur [Meas. Para] et inscrivez " Sequence " " ON " dans votre méthode, ce qui vous permettra d'inscrire des valeurs standard. À " Calibration ", sélectionnez " other std " et inscrivez les valeurs pour l'air ($0,000000 \text{ g/cm}^3$ à " STD-1 Density ") et pour l'eau bidistillée fraîchement bouillie ($0,997150 \text{ g/cm}^3$ à " STD-2 Density "). De plus, la fonction " Temperature Compensation " doit être à " off ".

Le DE51 de Mettler Toledo:

Utilisez la même procédure qu'avec le DE50 de Mettler Toledo. De plus, la fonction " Fully automatic viscosity correction " doit être à " off ".