Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und

Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

**Band:** 35 (1944)

Heft: 5

**Artikel:** L'analyse des eaux-de-vie de lies par les méthodes nouvelles

Autor: Bonifazi, G.

**DOI:** https://doi.org/10.5169/seals-983556

#### Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

#### **Conditions d'utilisation**

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

#### Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

**Download PDF:** 12.12.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

# L'ANALYSE DES EAUX-DE-VIE DE LIES PAR LES MÉTHODES NOUVELLES

Par G. Bonifazi, Laboratoire cantonal, Lausanne

La méthode de distillation fractionnée s'est révélée de grande utilité pour l'appréciation des kirschs surtout si on la complète par le iodage des fractions extraites au chloroforme. Cette méthode peut être appliquée à toutes les eaux-de-vie; elle donnera pour chacune d'elles des indications précieuses. C'est ce que nous voulons montrer dans ce travail. L'occasion nous ayant été offerte de procéder à l'analyse de quelques spécimens d'eaux-de-vie de lies d'origine certaine, puisque distillées sous notre contrôle, c'est à cette eau-de-vie que s'appliquera notre méthode d'analyse. Il faut reconnaître que la littérature en la matière est pour ainsi dire inexistante. Il nous a paru dès lors intéressant d'étudier d'un peu près la composition de ces eaux-de-vie dans le but évident d'y trouver des bases nouvelles d'appréciation, et aussi, si possible, de confirmer ou d'infirmer les normes fixées par le Manuel.

Les lies constituent le dépôt qui se trouve dans le fond des vases ayant contenu du vin et qu'on a séparé par décantation. Elles renferment à ce moment là 60 à 70 % de leur poids de vin, ce qui rend leur distillation intéressante. Ce vin de lies restant en contact avec les levures subit certaines transformations qui sont d'autant plus importantes que le contact est long. Les levures continuent à vivre d'abord sur leurs réserves. Ensuite, la levure subira un phénomène de dénutrition azoté, se traduisant par la formation de matières apportant déjà au vin de lies lui-même une saveur spéciale qu'on définit sous le nom de «goût de lie». Ces matières azotées en se désintégrant forment probablement ces alcools supérieurs qui constituent une grande partie de l'arome particulier qui est celui de l'eau-de-vie que l'on retire par distillation des lies.

L'eau-de-vie de lies est donc le produit de la distillation des lies de vin. Les appareils de distillation sont les mêmes que ceux qui sont utilisés pour les autres eaux-de-vie. Muni de deux colonnes de rectification, dont l'une d'elles pouvait être supprimée suivant les cas, tel se présentait l'appareil ayant servi à la préparation des eaux-de-vie figurant dans ce travail. Si nous donnons ce détail, c'est pour indiquer déjà ici, qu'à la suite d'une contestation du laboratoire d'un autre canton pour des produits du canton de Vaud et du Valais, il s'agissait de rechercher la cause d'une déficience dans la teneur en éthers. Dans ce but, en partant de la même matière première, divers modes de distillation ont été appliqués à celle-là. Une distillation dans le petit alambic avec repasse a également été faite à titre de comparaison. Nous donnons le détail de ces opérations dans le premier cas ci-dessous.

## Premier cas

Il s'agissait, ainsi que nous le disions dans notre introduction, de vérifier le chiffre-limite de 2 g./l. au minimum fixé par le Manuel pour la teneur en éthers des eaux-de-vie de lies. Les lies mises en œuvre provenaient de la région d'Aigle. Le mode opératoire de la distillation pouvant avoir une influence sur la composition du produit fini, les modes suivants ont été appliqués aux lies de même provenance:

- 1. Distillation avec 2 colonnes par cuite de 90 litres de lies tirés à 55 V<sup>0</sup>/0.
- 2. Réduction d'une partie de ce distillat à 45 V<sup>0</sup>/<sub>0</sub> par addition d'eau de fontaine et filtration sur amiante pour obtenir un produit parfaitement clair.
- 3. Distillation avec 2 colonnes de 90 l. de lies et tirés à 43,7 V<sup>0</sup>/o et filtrés sur amiante pour clarification complète.
- 4. Distillation d'un seul jet en supprimant 1 colonne de 90 l. de lies et tirés à 55 V<sup>0</sup>/<sub>0</sub>.
- 5. Distillation avec repasse au petit alambic de 90 l. de lies et tirés à 52 V<sup>0</sup>/<sub>0</sub>.

Nous donnons immédiatement les analyses des 5 produits mentionnés cidessus :

Tableau 1

	Eaux-de-vie de lies de la région d'Aigle								
	1	2	3	4	5				
11 170/		15.0	10.1	54.0	-				
Alcool $V^0/_0$	55,3	45,0	43,7	54,0	51,8				
Acidité gr./l. alc. abs.	0,29	0,17	0,47	1,03	0,42				
Ethers » »	1,17	1,00	1,18	1,60	1,27				
Alc. supér. cm³ »	5,7	5,7	4,7	7,1	5,4				
Aldéhydes »	0,3	0,38	0,3	0,15	0,25				
Ordre de qualité à la	1.27		177	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1					
dégustation	III	IV	V	II	I				

La première constatation qu'on peut faire au vu de ces résultats c'est qu'aucun des échantillons ne satisfait aux exigences du Manuel. Ainsi le No 1, qui se rapprocherait le plus de l'échantillon contesté, présente une teneur en éthers trop faible et une teneur en alcools supérieurs qui dépasse quelque peu le maximum admis. L'échantillon No 2 — qui n'est que le précédent réduit par de l'eau et ensuite filtré — voit ses éthers fléchir un peu et son acidité aussi. Ceci provient sans doute d'une faible action neutralisante de l'amiante employée pour la filtration. Pour l'échantillon No 3 on constate principalement une diminution sensible des alcools supérieurs. Quant au reste, sa composition se rapproche de celle de l'échantillon No 1. Si la teneur en éthers de l'échantillon No 4 tend à atteindre le maximum fixé par le Manuel, soit 2 g./l., son taux en alcools supérieurs est manifestement trop élevé. L'acidité dépasse de beaucoup celle des autres échantillons.

L'essai effectué avec le petit alambic démontre que même par ce moyen il n'est pas possible d'obtenir un produit répondant aux exigences actuelles. En effet, entre le No 5 et le No 1 il n'y a aucune différence digne d'être signalée.

La première conclusion à tirer de ces cinq essais est la suivante: Il peut arriver que des lies normales donnent une eau-de-vie ne répondant pas aux normes du Manuel quel que soit le mode de distillation employé. Il semble en outre que l'emploi de 2 colonnes de rectification pour la distillation peut présenter des inconvénients par l'élimination de certains éléments du bouquet, fait que la dégustation ferait surtout ressortir. Nous en avons une preuve en observant justement les résultats de cette dégustation dont l'ordre a été fixé au moyen de chiffres romains. Cette dégustation a été entreprise dans des conditions d'impartialité complète par trois dégustateurs. Le Tableau 1 nous indique que la préférence a été accordée à l'échantillon No 5 et aussitôt après à l'échantillon No 4, puis au No 1. L'ordre de ces préférences se justifie, croyons-nous, du fait primordial suivant: aucune de ces trois eaux-de-vie n'a subi l'épreuve de la filtration sur amiante. Cette filtration est dangereuse, pour les eaux-de-vie de lies en particulier; nous aurons l'occasion de revenir sur ce point lors de l'analyse par distillation fractionnée. Un mauvais point par contre pour le No 4 est sa trop haute teneur en alcools supérieurs (7,1). Sans vouloir défendre ce cas épineux, nous dirons cependant que nous n'apercevons pas le moyen de réduire cette teneur au dessous du maximum légal par un coupage avec une eau-de-vie à taux moins élevé en alcools supérieurs. Il faudrait employer une eau-de-vie de lies à alcools supérieurs inférieur à 4, ce qui est rare dans les produits authentiques. Le coupage atteindrait déjà le 50 % et plus. Cette opération peut paraître excessive pour corriger un seul chiffre, au détriment peut-être, de la qualité. N'oublions pas cependant que le No 4 a été obtenu en faisant abstraction d'une colonne.

## Deuxième cas

Le deuxième cas dont nous avons à nous occuper part du même motif de contestation: teneur en éthers trop faible. Comme il s'agissait d'un produit de provenance du Valais, c'est à la distillation de lies de ce canton que nous avons eu recours pour résoudre le litige.

Trois distillations ont été entreprises et voici dans quelles conditions:

1re distillation. — 160 litres de lies de Sion sont distillés (sans «blanche» de manière à éviter l'introduction de toute substance étrangère dans le distillat). Obtenu 27 litres d'eau-de-vie de lies à  $50.3 \text{ V}^{0/0} = \text{échantillon No 6}$ .

2e distillation. — Le résultat de la 2e distillation (avec «blanche» provenant de la 1re distillation) est le suivant: Mise en œuvre de 160 litres de lies de Sion. Obtenu 33 litres d'eau-de-vie à 48,7  $V^0/_0=$  échantillon No 7.

 $3e\ distillation$ . — Le résultat (avec «blanche» provenant de la 2e distillation) est le suivant: 160 litres de lies de Sierre donnent 24 litres d'eau-de-vie à 49,6  $V^{0}/_{0}=$  échantillon No 8.

Le Tableau 2 renferme les résultats des analyses de ces trois produits.

Eaux-de-vie de lies .7 Sion Sion Sierre 48,7 Alcool Vo/o 50,3 49,6 0,25 0,36 Acidité vol. gr./l. alc. abs. 0,57 1,26 1,35 1,42 Ethers Alcools sup. cm3 3,8 4,6 4,0

Tableau 2

Ici, comme dans le cas précédent, nous constatons qu'aucune des eaux-de-vie distillées dans les conditions habituelles ne possède un taux en éthers suffisant. Le maximum atteint est de 1,42 g./l. Nous voyons par ces exemples que des eaux-de-vie authentiques peuvent se présenter avec une teneur en éthers trop faible. Nous n'avons aucun intérêt particulier à voir abaisser le chiffre-limite de 2 g./l. fixé par le Manuel. Nous tenons seulement à faire remarquer qu'il y aurait parfois un danger à ne baser son appréciation que sur cet élément. Lorsqu'une semblable carence se présente, une analyse plus complète s'impose. Elle permettra de s'assurer si les principes du bouquet font réellement défaut. L'analyse par distillation fractionnée apportera le complément indispensable à cette investigation, sans oublier du reste la dégustation qui, pour ce genre d'eau-de-vie, rend des services très précieux.

# Analyse des eaux-de-vie de lies par distillation fractionnée

L'analyse des eaux-de-vie de lies par distillation fractionnée n'ayant pas encore été entreprise jusqu'ici, il nous a paru intéressant de le faire dans le but de fixer si possible des normes nouvelles pour leur appréciation. Comme dans deux travaux précédents sur les kirschs 1) 2) nous donnerons en premier lieu un aspect de ces analyses avec la détermination des éthers dans les fractions recueillies. Nous appliquerons ensuite aux mêmes produits la méthode de Mohler et Hämmerlé³) qui consiste à extraire chaque fraction au chloroforme et d'y déterminer l'absorption d'iode. Nous aurons ainsi une vue complète sur la manière dont se comportent ces eaux-de-vie à ces diverses épreuves.

Les conclusions en seront tirées ultérieurement.

Le Tableau 3 renferme tous les résultats ayant trait à notre méthode précitée.¹)

Tableau 3

	1	2	. 3	4	5	6	7	8
Alcool V <sup>0</sup> / <sub>0</sub>	55,3	45,0	43,7	54,0	51,8	50,3	48,7	49,6
Acidité gr./l. alc. abs.	0,29	0,17	0,47	1,03	0,42	0,51	0,67	1,0
Ethers » »	1,17	1,00	1,18	1,60	1,27	1,26	1,35	1,4
Alc. sup. cm <sup>3</sup> »	5,7	5,7	4,7	7,1	5,4	4,0	3,8	4,6
Alc. méthyl. » »	0	0	0	0	0	0	0	0
Aldéhydes » »	0,3	0,38	0,3	0,15	0,25	-	_	-
1re fraction cm <sup>3</sup> 0,1 n	1,8	2,05	1,5	2,15	1,05	2,2	2,1	2,3
2e » » »	0,05	0,05	0,05	0,05	0,1	0,1	0,1	0,0
3e	0,05	0	0,05	0,05	0,05	0	0,1	0,0
4e » » »	1,3	1,25	1,65	1,1	1,2	1,6	1,55	1,6
5e » » »	0,3	0,3	0,4	0,05	0,3	0,3	0,4	0,2
6e » » »	0,05	0,1	0	0	0,1	0,1	0,15	0,2
7e » » »	0,05	0	0	0	0	0	0	0
<sup>0</sup> / <sub>0</sub> Ethers 1re fraction	49	53	41	62	38	51	48	52
4e »	35	32	45	31	43	37	35	37
Rapport 1 $\frac{1 \text{ère fraction}}{4 \text{e fraction}}$	1,4	1,66	0,93	2,0	0,89	1,4	1,4	1,4
Somme des éthers	0,73	0,74	0,72	0,68	0,65	0,84	0,86	0,8

Le Tableau 3 présente un intérêt à plusieurs points de vue. La question de l'analyse chimique proprement dite ayant été discutée plus haut, nous n'y reviendrons donc pas. Nous signalons en passant cependant l'absence d'alcool méthylique dans la plupart de ces eaux-de-vie. Cet alcool n'est pas un composant naturel des lies, et cela se comprend aisément.

Le même tableau nous montre que les eaux-de-vie de lies soumises à la distillation fractionnée offrent une image semblable à celle des kirschs, en ce sens que le taux des éthers, après avoir montré un maximum dans la première fraction s'affaisse brusquement pour remonter à un deuxième maximum dans la 4e fraction et retomber ensuite presque à zéro dans les fractions suivantes. On peut donc tracer une courbe de ces variations et obtenir ainsi une image de l'eau-de-vie analysée. La répartition des éthers dans la 1re et 4e fraction n'est pas sans présenter quelque intérêt. Alors que pour les kirschs les éthers s'amassent en plus grande partie dans la 1re fraction, un certain équilibre tend à s'établir pour les eaux-de-vie de lies de telle manière que le rapport 1 (v. tableau) a une tendance à se rapprocher de l'unité, et, même dans un cas (No 5), à lui être inférieur. Le No 4 fait exception. Mais nous avons vu plus haut que lors de sa préparation une colonne de rectification avait été supprimée; ce qui lui a valu une augmentation d'éthers; il est dès lors inévitable qu'ils se répartiront d'une manière un peu différente au cours du fractionnement. Nous rappelons ici que la qualité du produit n'en a pas souffert.

Un fait sur lequel nous attirons l'attention, et qui nous semble spécial aux eaux-de-vie de lies, est celui qu'on observe dans la différence qui existe entre le taux des éthers obtenu à chaud et celui obtenu à froid. Jusqu'ici, dans les autres eaux-de-vie, et pour les kirschs en particulier, cette différence demeurait dans des limites acceptables, n'allant pas au delà des erreurs admises entre deux dosages parallèles, surtout si ces dosages sont exécutés par des méthodes différentes. La totalité des éthers recouvrés par la distillation fractionnée et dosés à froid ne descendait guère au-dessous du 90 % des éthers totaux dosés à chaud, pour se maintenir généralement entre le 95 et 98 %. Déjà pour les produits de «queue» des kirschs nous avions observé une différence plus marquée entre les deux dosages. Nous ne retrouvions que le 80 à 85 % des éthers totaux. Pour les eaux-de-vie de lies la différence est encore plus grande puisque la distillation fractionnée suivie de la saponification des fractions, ne livre plus que le 43 à 70 % des éthers. Nous croyons bien faire de noter ces observations dans le tableau ci-dessous.

Tableau 4

	1	2	3	4	5	6	7	8
Ethers à chaud	1,17	1,00	1,18	1,60	1,27	1,26	1,35	1,42
Ethers à froid	0,73	0,74	0,72	0,68	0,55	0,84	0,86	0,88
Différence	0,44	0,26	0,46	0,92	0,72	0,42	0,49	0,54
<sup>0</sup> / <sub>0</sub> des éthers totaux	62	74	61	43	43	66	64	62

A quoi faut-il attribuer ce comportement si différent? A la nature des éthers sans doute et peut-être aussi à d'autres substances subissant l'action de la

soude à chaud et qui, de ce fait, seraient détruites. La soude à froid n'aurait aucune action sur elles. Nous rappelons ici que la saponification à froid telle que nous la pratiquons s'exécute par une action de 24 heures en ajoutant un excès de soude caustique 0,1 n à chaque fraction distillée.

Nous tenions à signaler ce caractère particulier des eaux-de-vie de lies; il

pourrait peut-être contribuer à leur appréciation.

Les eaux-de-vie de lies ont la propriété de troubler par addition d'eau. Le trouble observé est dû à la précipitation d'alcools supérieurs de nature diverse et dont quelques-uns sont de poids moléculaire élevé. Ils donnent à l'eau-de-vie en question son arome particulier. Lors de la distillation fractionnée ils apparaissent en fines gouttelettes à la surface dans les fractions aqueuses, soit à partir de la 4e qui ne contient plus assez d'alcool pour les maintenir en solution. Il est à noter que cette 4e fraction, dans les eaux-de-vie de bonne qualité, présente un trouble très prononcé. Il était permis de supposer qu'une partie du trouble provenait d'une précipitation d'huiles essentielles. La faible absorption d'iode, eu égard au trouble observé, contredit cette supposition. En effet, nous verrons plus loin la manière dont se comportent les eaux-de-vie de lies à l'absorption d'iode par fraction extraite au chloroforme d'après Mohler et Hämmerlé. On est étonné de constater que cette absorption n'est pas en rapport avec les substances extractives que ces eaux-de-vie renferment.

Cependant pour vérifier ces différentes assertions il valait la peine de déterminer l'indice d'iode par un moyen direct. Pour ce faire nous avons pensé

employer le mode opératoire préconisé par Högl<sup>4</sup>) pour les gentianes.

Voici ce mode opératoire. — 20 cm³ d'eau-de-vie sont additionnés sans autre préparation de 5 cm³ de solution de *Hanus* diluée 5 fois. Après une action de 60 minutes, on ajoute 5 cm³ de iodure de potassium à 10 % et titre l'excès d'iode par de l'hyposulfite 0,01 n. La différence obtenue entre un essai à blanc et l'essai proprement dit traduite en cm³ 0,01 n donne l'indice non corrigé. Suivant la teneur en alcool de l'eau-de-vie, ce chiffre est à augmenter ou à diminuer pour le rapporter à 50 V% d'alcool. Cet indice corrigé ainsi calculé représente l'absorption d'iode traduite en cm³ de solution normale pour 1 litre d'alcool absolu.

En ayant opéré de la sorte sur 10 échantillons dont il est question dans le tableau 5, nous avons fait l'observation suivante: Après 60 minutes on constate, si le titrage en retour se fait sans dilution et qu'on titre sans amidon par le passage du jaune à l'incolore, que le nombre de cm³ d'hyposulfite employé pour l'essai peut dépasser sensiblement celui employé pour le témoin, ce qui est évidemment anormal. En recherchant la cause de cette anomalie on s'aperçoit que l'eau-de-vie acidifiée dans les mêmes proportions que lors de la détermination de l'indice d'iode et additionnée de iodure de potassium met en liberté une certaine quantité d'iode qui est variable suivant l'eau-de-vie en cause. Le titrage de cet iode ainsi libéré, déduit du titrage précédent, donne un résultat qui, déduit à son tour du témoin, conduit à un indice positif.

Tableau 5

		a	b	С	d	e	f ·	g
Nos	cm³ hypo- sulfite	Excès d'iode après iodage cm³ hypo.	Iode mis en liberté par le cuivre cm³ hypo.	Excès iode réel pour indice Högl (b—c) cm³ hypo.	Indice Högl (a—d)	Indice Högl (corrigé)	Cuivre mg/L (d'ap. c)	
1	55,3	16,02	12,74	0,91	11,83	4,19	3,82	28,8
2	49,6		15,50	3,40	12,06	3,96	4,0	108.—
3	46,5		13,1	0,81	12,29	3,73	4,0	25,4
4	43,9		13,84	1,02	12,82	3,2	3,64	32,4
5	50,8		13,60	0,53	13,07	2,95	2,9	16,8
6	43,7		14,43	1,57	12,86	3,16	3,62	50
7	51,8		16,84	2,81	14,03	1,99	1,9	90.—
8	43,0		11,02	0,30	10,72	5,3	6,2	9,5
9	65,6		9,42	0,17	9,25	6,77	5,2	5,4
10	55,4		16,47	3,37	13,2	2,84	2,6	104.—

Le titrage d'après Högl doit se faire en milieu fortement dilué. Nous avons obtenu des résultats équivalents sans recourir à la dilution. Du reste celle-ci doit être évitée dans le titrage de l'eau-de-vie acidifiée et additionnée de iodure. En effet la dilution provoque une absorption d'iode presque instantanée, ce qui interdit la correction dont il a été fait mention plus haut pour établir l'indice d'iode. Pour éviter toute perte d'iode, nous avons empêché l'hydrolise en employant des réactifs, iodure et hyposulfite, alcoolisés à raison de 50 V<sup>0</sup>/<sub>0</sub>. A vrai dire, les réactifs alcoolisés ne sont pas absolument nécessaires, ce que nous ont démontré des essais comparatifs.

# Exemple:

- 1. 20 cm³ lie + 5 cm³ iodure de K + 5 cm³ ac. acétique = 1,02 hypo. 0,01 n (avec réactifs alcoolisés) = 1,00 hypo. 0,01 n
- 2. (Titrages effectués dans les mêmes cond. que ci-dessus) = 3,27 hypo. 0,01 n = 3,30 hypo. 0,01 n

Nous tenions à signaler ces faits. Ils peuvent présenter un certain intérêt surtout si l'on est appelé à déterminer l'indice d'iode d'après Högl dans les eaux-de-vie. Nous avons pensé attribuer cette mise en liberté d'iode à une présence de cuivre plus ou moins variable dans les lies examinées. Cette hypothèse s'est révélée exacte. En effet la teneur en cuivre, dosé colorimétriquement dans les cendres, correspondait à celle indiquée par la mise en liberté d'iode. Voici à titre d'exemple quelques résultats.

Lie A	Dosage volumétrique Dosage colorimétrique	30,0 mgr. Cu p. litre 27,5 mgr. Cu p. litre
Lie B	Dosage volumétrique Dosage colorimétrique	47,7 mgr. Cu p. litre 45,0 mgr. Cu p. litre
Lie C	Dosage volumétrique Dosage colorimétrique	108,0 mgr. Cu p. litre 100,0 mgr. Cu p. litre

En conclusion de cette digression nous sommes obligé de reconnaître qu'avant d'entreprendre la détermination de l'indice d'iode direct il faut s'assurer par un essai préliminaire si l'eau-de-vie à traiter contient ou non du cuivre. Dans le cas affirmatif il faudra recourir à la correction telle que nous l'avons indiquée plus haut, ou alors, déterminer l'indice sur l'eau-de-vie distillée.

Quoi qu'il en soit, et sans insister davantage, nous constatons que les indices d'iode directs trouvés sont plutôt faibles comparés à ceux que Högl donne pour les gentianes. Ils sont en outre d'une grande variabilité puisqu'ils vont de 1,9 à 6,2. Cet indice ne présente donc qu'un faible intérêt pour l'appréciation des eaux-de-vie de lies.

Voici maintenant les résultats de la distillation fractionnée avec extraction des fractions au chloroforme et leur iodage subséquent. Le Tableau 6 contient tous ces résultats.

Tableau 6

Alcool		Abso	orption d'i	ode de chaq	ue fractio	n mg/L 4	5 V º/o		Somme	Extrac-	Somme	Somme	Indice	Alcool méthy-
V 0/0	1	2	3	4	5.	6	7	8 + Bi	1-8+Bi	directe	1—5	6—8+Bi	Bonifazi	lique
				E	aux-de	-vie de	lies au	thentiqu	ies					
55,3	1,78	1,02	2,29	10,30	5,47	4,06	2,42	23,29	50,63	54,8	20,86	30,77	43,1	0
45,0	1,72	0,98	2,16	12,15	1,52	0,76	1,52	9,37	30,18	23,4	18,53	11,65	23,6	0
43,7	0,13	0,13	0,00	5,10	0,51	0,00	0,00	3,31	9,18	10,2	5,87	3,31	8,9	0
54,0	-	-	-	10,2	7,60	3,8	1-	10,2		_		-	31,8	0
51,8	0,89	1,27	0,00	7,25	2,16	2,15	0,00	15,9	28,71	31,0	11,57	17,14	26,6	0
50,3	2,28	0,63	1,13	5,70	2,54	0,63	0,89	13,46	27,26	22,9	12,28	14,98	22,4	0
48,7	1,90	1,01	0,63	18,50	1,27	1,01	1,04	13,20	38,56	_	23,31	15,25	33,3	0
49,6			-	15,2	2,54	0	0	8,90	-	_		-	26,6	0 .
				E	aux-de-	vie de	lies du	comme	rce					
47,0	1,92	1,04	2,81	15,1	0,26	0,64	1,02	6,08	28,87	32,1	21,13	7,74	22,2	_
46,5	2,81	0,76	4,32	9,58	1,91	0,64	0,64	5,97	26,56	21,3	19,3	7,25	17,4	
54,0	5,59	1,65	3,55	13,10	2,42	1,91	2,92	6,48	37,62	39,6	26,31	11,31	25,4	8
43,9	2,4	0,51	1,14	7,21	0,25	0,63	0,51	8,0	20,65	16,7	11,51	9,14	13,8	4
53,3	3,18	2,66	7,10	12,35	4,44	1,40	1,52	16,25	48,9	36,1	29,73	19,17	34,5	_
52,1	0,76	0,13	0,76	9,3	1,39	0,38	4,19	12,18	29,09		12,34	16,75	24,3	_
51,0	4,83	0,38	0,64	7,38	1,39	1,39	0,76	19,46	36,23	-	14,62	21,61	24,0	_
55,4	1,39	0,89	0,25	11,40	0,89	4,45	0,64	9,40	29,31	23,4	14,82	14,29	24,8	0
50,8	2,54	0,51	0,51	6,74	0,10	0,76	0,51	10,53	22,2	_	10,40	11,80	19,4	_
														3-
	55,3 45,0 43,7 54,0 51,8 50,3 48,7 49,6 47,0 46,5 54,0 43,9 53,3 52,1 51,0 55,4	V %     1       55,3     1,78       45,0     1,72       43,7     0,13       54,0     —       51,8     0,89       50,3     2,28       48,7     1,90       49,6     —       47,0     1,92       46,5     2,81       54,0     5,59       43,9     2,4       53,3     3,18       52,1     0,76       51,0     4,83       55,4     1,39	Alcool V %         1         2           55,3         1,78         1,02           45,0         1,72         0,98           43,7         0,13         0,13           54,0         —         —           51,8         0,89         1,27           50,3         2,28         0,63           48,7         1,90         1,01           49,6         —         —           47,0         1,92         1,04           46,5         2,81         0,76           54,0         5,59         1,65           43,9         2,4         0,51           53,3         3,18         2,66           52,1         0,76         0,13           51,0         4,83         0,38           55,4         1,39         0,89	Alcool V %         1         2         3           55,3         1,78         1,02         2,29           45,0         1,72         0,98         2,16           43,7         0,13         0,13         0,00           54,0         —         —         —           51,8         0,89         1,27         0,00           50,3         2,28         0,63         1,13           48,7         1,90         1,01         0,63           49,6         —         —         —           47,0         1,92         1,04         2,81           46,5         2,81         0,76         4,32           54,0         5,59         1,65         3,55           43,9         2,4         0,51         1,14           53,3         3,18         2,66         7,10           52,1         0,76         0,13         0,76           51,0         4,83         0,38         0,64           55,4         1,39         0,89         0,25	X o / o         1         2         3         4           55,3         1,78         1,02         2,29         10,30           45,0         1,72         0,98         2,16         12,15           43,7         0,13         0,13         0,00         5,10           54,0         —         —         10,2           51,8         0,89         1,27         0,00         7,25           50,3         2,28         0,63         1,13         5,70           48,7         1,90         1,01         0,63         18,50           49,6         —         —         15,2    Extraction of the control of the co	Ration   Poly   Poly	Eaux-de-vie de   Eaux	Eaux-de-vie de lies aux Eaux-de-vie de lies dux Eaux-d	Talcool   Poly   Poly	Eaux-de-vie de lies authentiques   Somme   Leaux-de-vie de lies   Somme   L	$ \begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$	Eaux-de-vie de lies authentiques   Somme   Lion   directe   Somme   Lion   Lion	National Voys   1   2   3   4   5   6   7   8 + Bi	National Vole   1

En consultant le Tableau 6 on remarque, comme pour les kirschs, que l'absorption d'iode pour les diverses fractions est variable et que la 4e et 8e +Bi fractions marquent un maximum. Le maximum de la 4e fraction est inférieur à ceux des kirschs. Il oscille de 5,1 à 18,5; pour les kirschs de 13,8 à 28,2.2) Il en est de même pour la somme totale. Alors que pour les kirschs authentiques que nous avons analysés cette somme n'était pas inférieure à 54.4, ici, avec une variabilité extrême, elle atteint une seule fois 50,63. Le No 3 avec 9,2 de somme est tout à fait anormal. On ne peut s'expliquer cette anomalie qu'en se souvenant de la manière dont ce produit a été préparé: distillation d'un seul jet jusqu'à l'obtention d'un degré alcoolique de 43,7 V<sup>0</sup>/0. Très trouble avec un degré alcoolique si faible, il a été ensuite filtré sur amiante. Il est à supposer que l'amiante a joué le rôle d'adsorbant et retenu une forte proportion des éléments du bouquet ayant la faculté de fixer de l'iode. Ceci est un exemple du danger que présente la filtration des eaux-de-vie en général. Cette opération est quelquefois nécessaire pour supprimer un trouble accidentel. Mais lorsque le trouble est dû aux éléments procurant à l'eau-de-vie son arome, il faut s'en abstenir absolument. On peut l'éviter, ceci dit pour les lies, en tirant celles-ci à un degré élevé, ne permettant pas une précipitation (trouble). A 50 V<sup>0</sup>/o on ne court aucun risque. Les eaux-de-vie de lies ne devraient donc pas être mises dans le commerce à un taux inférieur à celui de la limite de trouble (48-50 V<sup>0</sup>/<sub>0</sub>). Le No 3 est un exemple frappant des risques que fait courir la filtration. Elle réduit le produit soumis à cette épreuve au rang de produit de coupage, et encore?, à cause de sa composition anormale.

Il ressort de l'examen du Tableau 6, à part l'exception dont nous venons de parler, que les eaux-de-vie de lies se comportent comme les kirschs et qu'une absorption d'iode se produit pour chacune des fractions. Il est à noter que cette absorption est plus faible que pour les kirschs, ce qui au premier abord paraît inattendu, vu le trouble que ces eaux-de-vie manifestent lors de leur dilution, trouble que l'on serait tenté d'attribuer à des huiles essentielles. Nous savons que ce n'est pas le cas. Ce sont des alcools supérieurs qui en sont la cause. (Voir à ce propos le travail de Vegezzi et  $Haller^5$ ).) S'il fallait indiquer une norme pour la somme milligrammes/litre d'iode absorbés par une eau-de-vie à  $45 \text{ V}^0/0$ , nous croyons que 25 mg. pourraient être un chiffre minimum, tandis que 20 mg. seraient une limite suffisante pour l'indice Bonifazi, — qui, comme nous l'avons signalé plus haut, représente la somme des 4e, 5e, 6e et 7e fractions plus l'alcool de lavage du birectificateur et du réfrigérent (= Bi).

Si nous examinons les eaux-de-vie du commerce qui figurent dans le même tableau, nous constatons que dans l'ensemble elles satisfont aux normes posées à l'exception des Nos 13 et 18. Pour le No 13 le faible degré alcoolique (43,9) pourrait laisser supposer une perte des éléments du bouquet par filtration. Le No 18 par contre devrait être considéré comme coupage.

Nous donnons dans le Tableau 7 les analyses ordinaires des eaux-de-vie du commerce dont l'analyse par distillation a été donnée dans le tableau précédent.

Elles confirment dans l'ensemble les appréciations que nous avons données pour quelques-unes d'entre elles, et particulièrement pour les Nos 13 et 18.

Tableau 7

	10	11	. 12	13	14	15	16	17	18
A11 370/-	47	46,5	54,0	43,9	53,3	52,1	51,0	55,4	50,8
Alcool Vo/o	1			100000000000000000000000000000000000000			,		
Acidité	0,06	1,98	1,30	1,49	1,34	0,47	0,60	0,99	0,74
Ethers	2,13	2,18	2,94	1,22	2,74	1,32	1,70	1,94	1,44
Alcools supér.	4,6	5,4	4,6	5,6	4,6	_	_	5,4	2,6
Aldéhydes	0,37	0,8	3,6	0,9	0,7	-	A		traces
Furfurol	++	+.	+	+-	+ -		-	_	traces
Alc. méthylique	-	_	-	4	_	_	_	0	
Extrait	0,28	0,20	0,15	0,43	0,14	_	_	0,5	0,29

### Conclusions

- 1º Le mode de distillation n'est pas sans influence sur la composition des eaux-de-vie de lies. Cette distillation ne doit pas être trop poussée afin d'éviter un trouble obligeant à une filtration qui enlève d'une manière sensible des éléments du bouquet et risque dès lors de causer de sérieux préjudices au produit ainsi traité.
- 2º L'analyse par distillation fractionnée peut s'appliquer avec succès aux eaux-de-vie de lies. Elle conduit à des constatations intéressantes concernant principalement la répartition des éthers dans les fractions et à un certain caractère réfractaire qu'ils présentent à une saponification à froid.
- 3º Le iodage des fractions conduit à des sommes inférieures à celles des kirschs. Néanmoins, au vu des résultats obtenus, on peut fixer la somme Mohler-Hämmerlé à 25 mg. iode par litre d'eau-de-vie à 45 Vº/o et l'indice Bonifazi à 20 mg. Ces sommes deviennent donc très précieuses pour l'appréciation de ce genre d'eau-de-vie.
- 4º Il ne semble pas utile de modifier les chiffres-limites des éthers et des alcools supérieurs. Une certaine tolérance, appuyée sur une analyse plus complète, résoudront la difficulté en cas de carence pour les uns ou d'excès pour les autres.

## Littérature

- 1) G. Bonifazi, Trav. chim. alim. 22, 1931, 21. Analyse des eaux-de-vie par la méthode de distillation fractionnée.
- <sup>2</sup>) G. Bonifazi, Trav. chim. alim. 34, 1943, 169. L'analyse des kirschs par les méthodes nouvelles.
- 3) A. Mohler et W. Hämmerle, Trav. chim. alim. 30, 1939, 284. Unterscheidung des Kirschwassers von seinen Verfälschungen.
- 4) Otto Högl, Trav. chim. alim. 33, 1942, 87. Enzianbranntwein II. Neue Gesichtspunkte bei der Untersuchung.
- <sup>5</sup>) G. Vegezzi et P. Haller, Trav. chim. alim. 21, 1930, 321. La costituzione dei Fuseloli di frutta.