



MINISTÈRE DE L'ÉCONOMIE DES FINANCES ET DE LA RELANCE

*Liberté
Égalité
Fraternité*

Journées scientifiques du CECM

Brignoles 10 Juin 2022

**Service commun des
laboratoires
DGCCRF – DGDDI**



**MINISTÈRE
DE L'ÉCONOMIE
DES FINANCES
ET DE LA RELANCE**

*Liberté
Égalité
Fraternité*

Le contrôle de l'authenticité des vins une histoire d'étiquette !

François Guyon

Service Commun des Laboratoires (SCL)
Laboratoire de Marseille
146 Traverse Charles Susini
13388 Marseille

Le Service Commun des Laboratoires (SCL)

Direction Générale de la Concurrence, Consommation
et Répression des Fraudes - **DGCCRF**

Direction Générale de la Douane et des
Droits Indirects - **DGDDI**

Prélèvements

**Service Commun des Laboratoires
(01/01/2007)**

Répondre aux demandes d'analyse
et d'expertise

Support et conseil technique et
scientifique

Développement de méthode
Coopération scientifique

SCL :

11 Laboratoires
380 agents
Spécialisation



Contrôle des Boissons:

SCL-33 : Bordeaux
SCL-34 : Montpellier

Introduction

La falsification des vins ... vue par l'« héroïc Fantasy »

Lanfeust des Etoiles
Arleston/Tarquin
Ed. Soleil



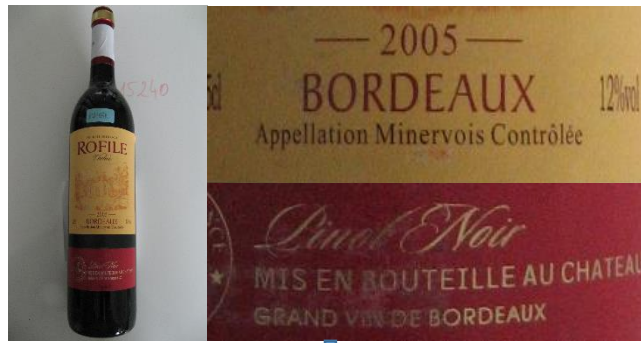
Les Causes :

- Notoriété du vin (et AOC) Associée au Prix
- Profit
- *Ignorance du consommateur*

Le Comment ?

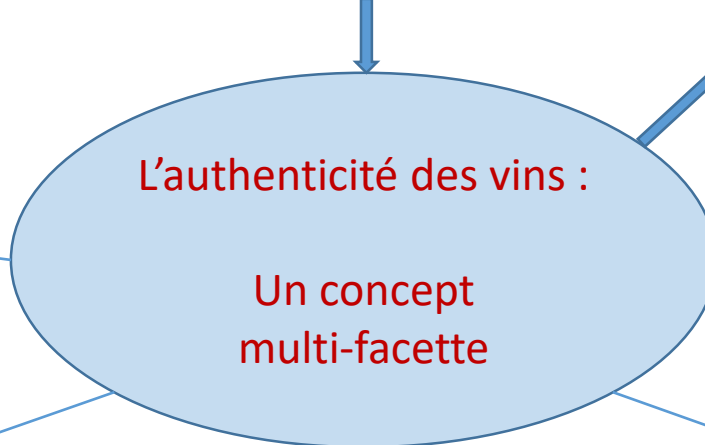
- Fausse étiquette
- Fausse bouteille
- Faux vin

Introduction



Tout le contrôle
part de l'information
dispensée sur l'étiquette!

Répondre aux critères d'un vin !
l'organisation internationale
de la vigne et du vin
(OIV)



- Origine variétale (cépage)
- Origine botanique de l'alcool, des sucres



Origine
Géographique

Millésime



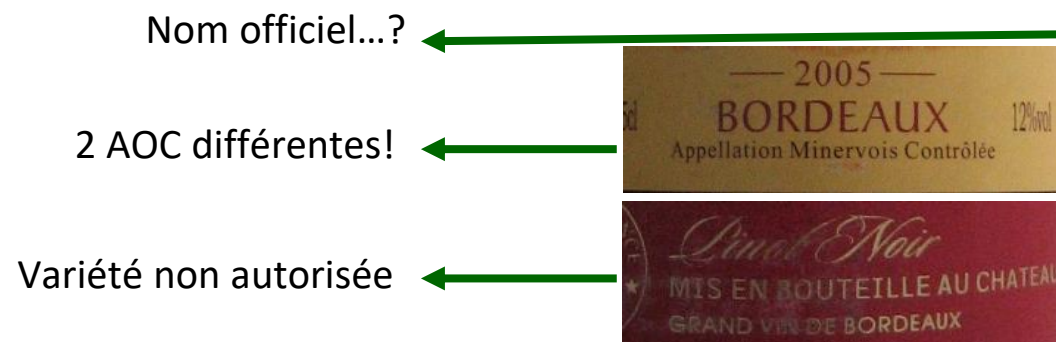
Stratégie Analytique

- Analyse externe :
 - Information fournies sur l'étiquette
 - Analyse des pigments de l'étiquette
 - Radioactivité ultra-faible
 - Verre de la bouteille
- Analyse du vin :
 - Analyses classiques
 - Analyses sophistiquées

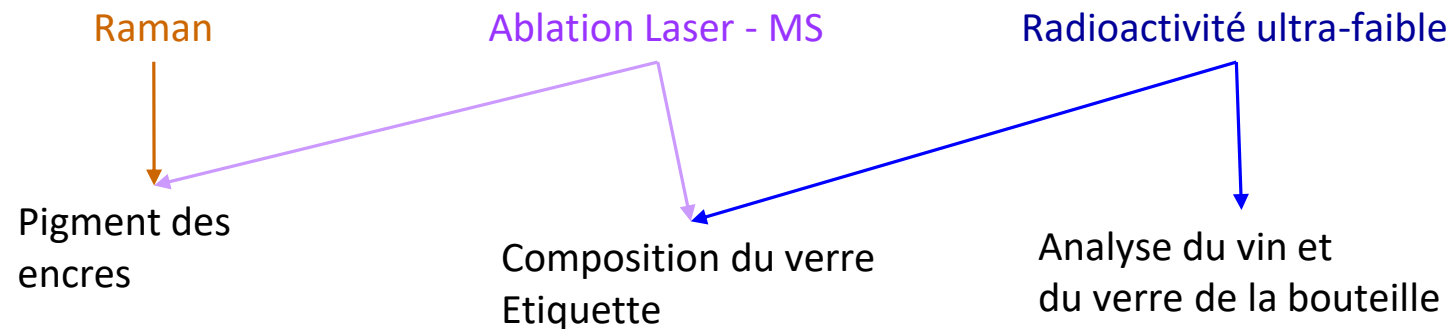
Présentation non exhaustive :
techniques les plus couramment utilisées dans les laboratoires du SCL

Analyse externe (non destructive)

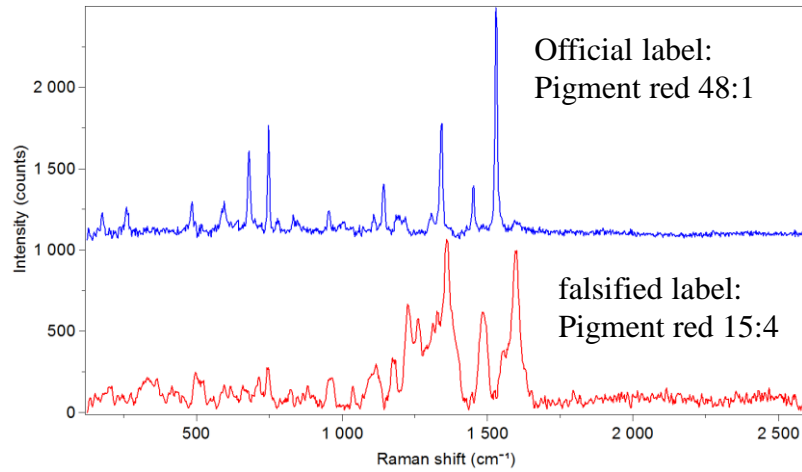
1. Examen de l'étiquette



2. Examen analytique de surface

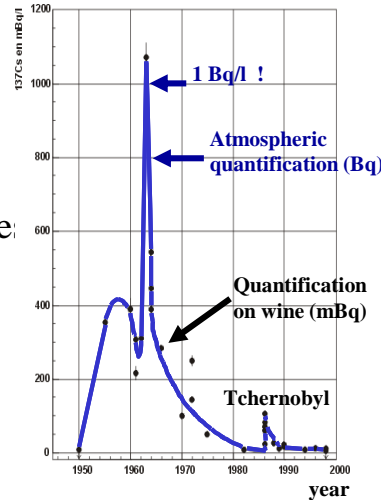


1. Analyse Raman Pour les pigments de l'étiquette



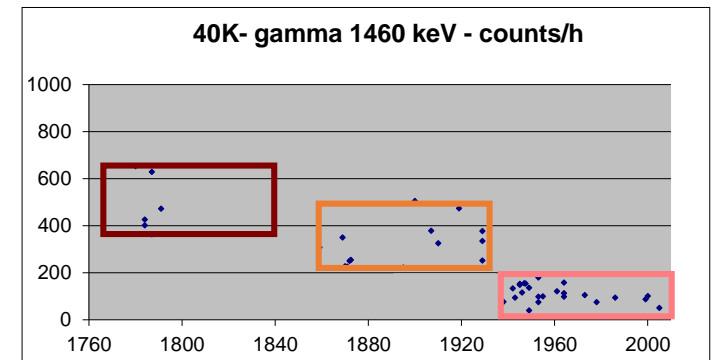
2. Radioactivité ultra faible

¹³⁷Cs : caractéristique de l'activité humaine
 - Retombées des bombes atomique;
 - Pannes de centrale nucléaire
 - Aucun signal avant 1950



Hubert et al.
 - Annal. Fals. Exp. Chim. Toxicol. 2001, 957, 357-368
 - C. R. A. S. 2009, 10, 587-700
 - Annal. Fals. Exp. Chim. Toxicol. 2009, 971, 54-56

Analyse du ⁴⁰K du verre
 Datation de la bouteille

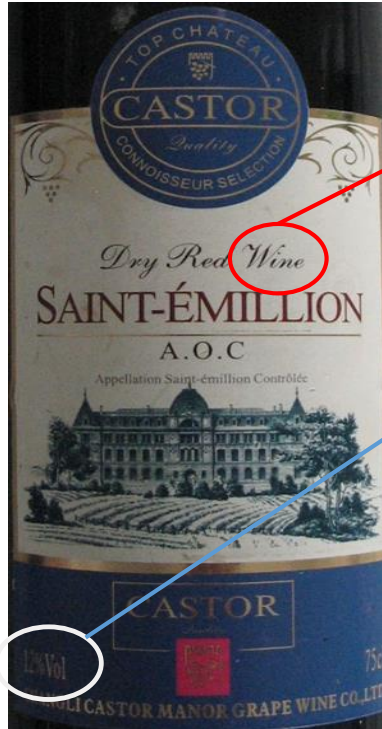


Analyse du vin (destructive)

C'est un vin! = caractéristiques d'un vin



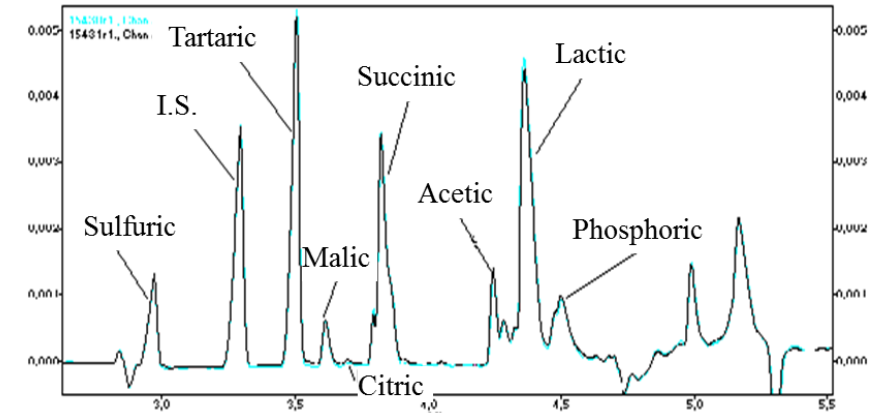
Règlement Européen
OIV recommandations
Cahier des charge des AOC



Acidité Volatile, SO₂ total, méthanol,

Titre alcoométrique

composition en acides organiques par HPCE



Type	Tartaric Acid (g/L)	Malic Acid (g/L)
St Emilion	0.5	<0.2
Bordeaux	0.4	2.2

Pour AOC Bx:

Acide Tartrique > 1g/L
acide Malique < 0.2 g/L



Non compatible avec du vin
Non compatible avec un vin de Bx

Analyse sensorielle

Décret du 19/08/1921 : « un vin peut être déclaré impropre à la consommation s'il présente un mauvais goût manifeste »


Jury interne formé, contrôlé et entraîné à la reconnaissance de mauvais goûts

Locaux adaptés



Temperature, Hygrometry,
Light, cabins' size, colors, Glasses

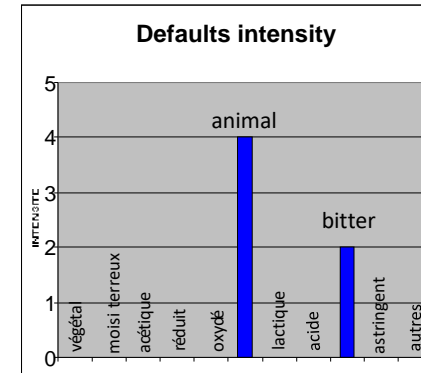
Feuille de dégustation

 L33	Fiche de dégustation ACCEPTATION / REFUS et PROFIL SENSORIEL des vins à défauts					
	DATE	<input type="text"/>	Essai	<input type="text"/>		
DEGUSTATEUR	NOM : <input type="text"/>	N° Cabine : <input type="text"/>	N° Verre : <input type="text"/>			
essai : acceptation / refus Acceptez-vous ce vin ? <input type="checkbox"/> OUI <input type="checkbox"/> NON Si NON, veuillez remplir le tableau ci-dessous.						
essai : profil sensoriel Intensité de la perception (*)						
O L F A C T I F	Végétal	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
	Moisi-Terreux	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
	Acétique	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
	Réduit	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
	Oxydé	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
	Animal	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
	Lactique	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
G U S T A T I F	Acide	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
	Amer	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
	Astringent	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Autres défauts		<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
COMMENTAIRE						

(*) 0 : absence totale ; 1 : à peine perceptible ; 2 : légère ; 3 : moyenne ; 4 : forte ; 5 : extrême

IN.01AS/ANA.07 version 01 date d'application 01/10/07 Référence IN.01AS/ANA.03 & 06 page 1 / 1

Traitement des données



+ traitement statistique

→ conclusion

Analyse des étiquettes
Analyses classiques } > 90 % des falsifications

Analyses sophistiquées

- Fraudes complexes
- Tenter de remonter les filières de falsification

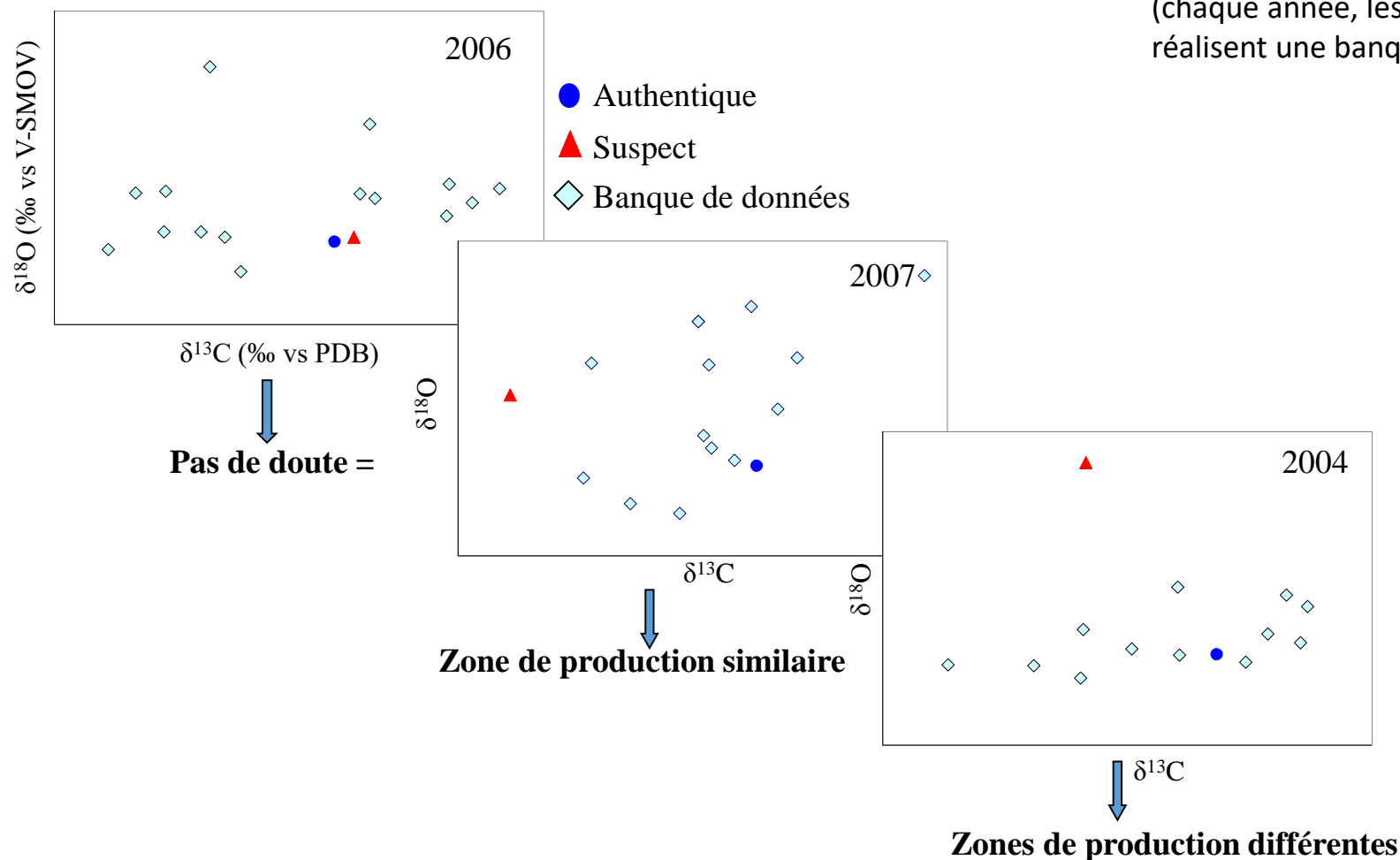
- 2 Situations:
1. Comparaison entre authentique / vin suspect
 2. Preuves sans valeurs de référence

1. Comparaison entre vin authentique et suspect

Comparaison vin authentique / vin suspect

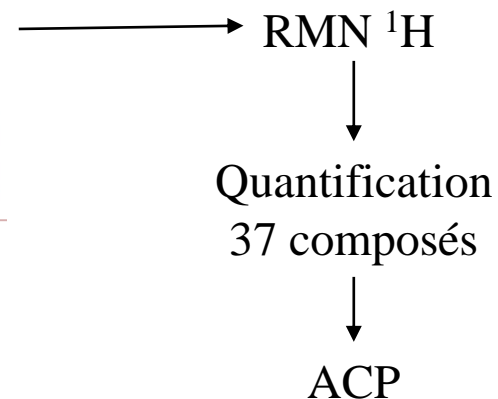
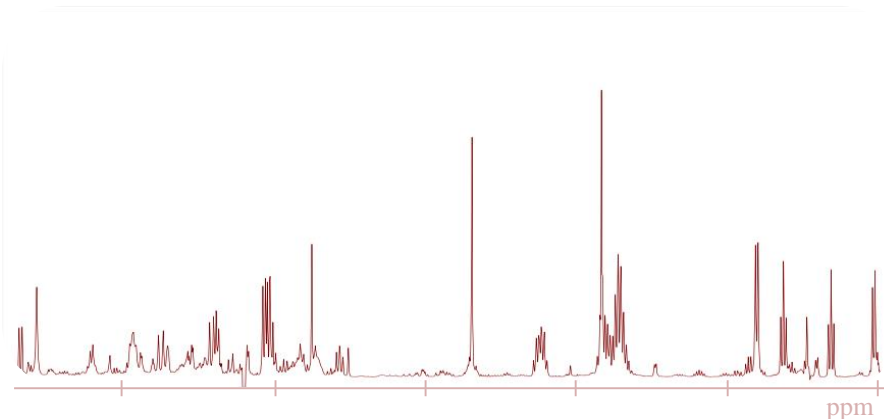
1. Banque de données isotopiques : un atout européen

(chaque année, les pays producteurs de vin de l'UE réalisent une banque de donnée isotopique de référence)

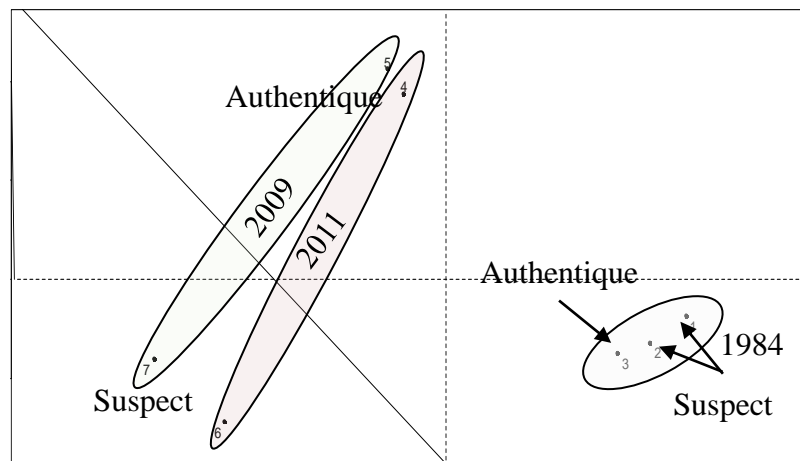
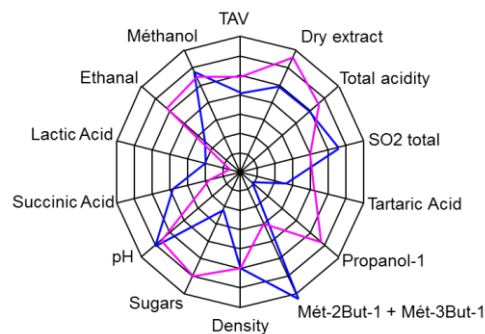


Comparaison vin authentique / vin suspect

2. La RMN du Proton



Discriminant factors :
similaire à ceux obtenus par d'autres techniques



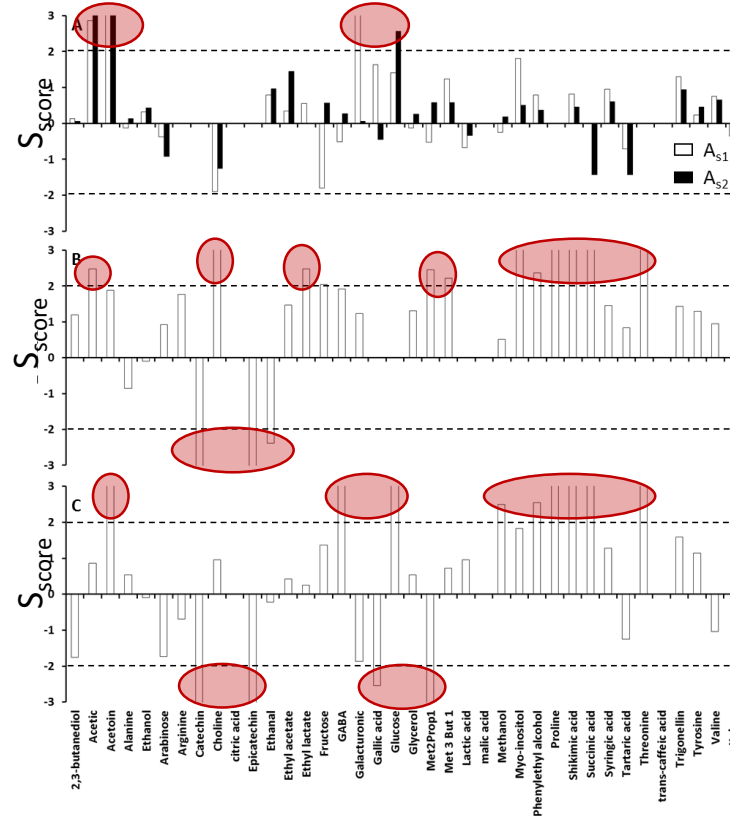
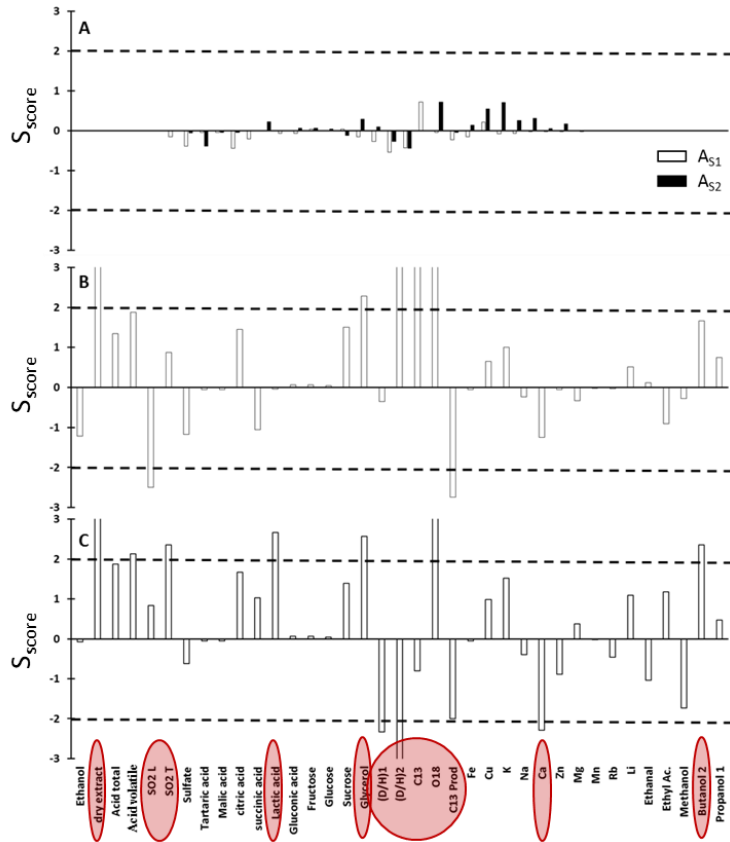
Avantages:


- Volume** 0,5mL contre 500 ml!
- vitesse** 20 min contre ~ 2 days

Nécessité d'une bonne connaissance de la technique! comparaison méthodes officielles / ¹H RMN

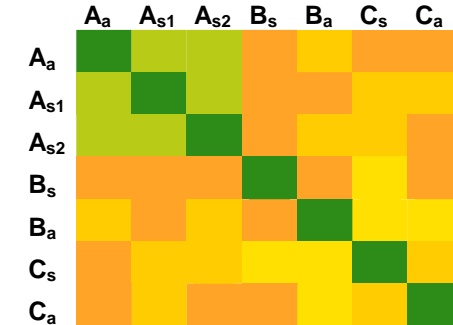
Comparaison vin authentique / vin suspect : Score de "similarité"

$$S_{score} = \frac{C_{controlé} - C_{authentique}}{\sigma = [\sigma_{var} \times \max(C_{controlled}; C_{authentic})]}$$




 RMN « trop » sensible
 Arbitrairement : $S_{score} > 4$ vins différents

Présentation des résultats sous forme de Heatmap

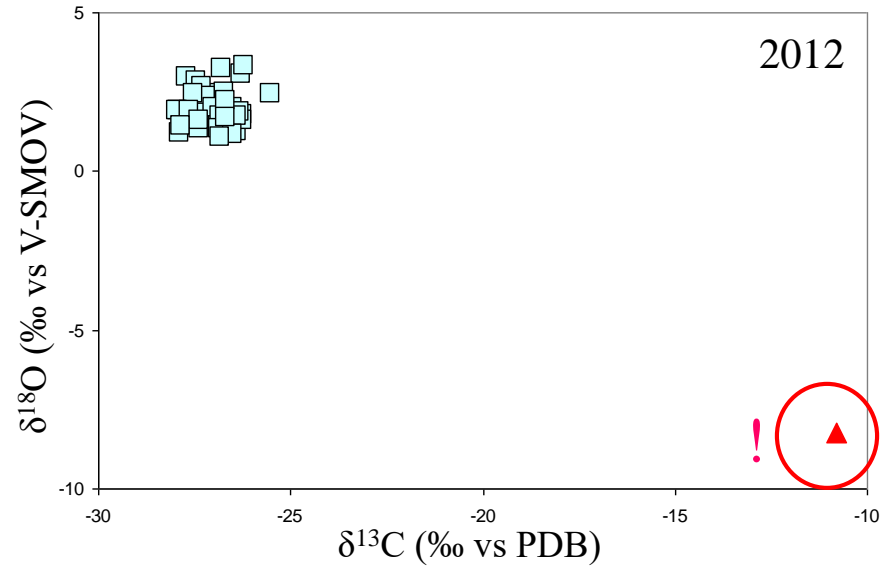


Similaires: vins "A"
 Différences: vins B & C

Niveau de coloration :
 Vins falsifiés mais vins de Bordeaux... ?

2. Preuves sans données de référence

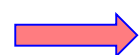
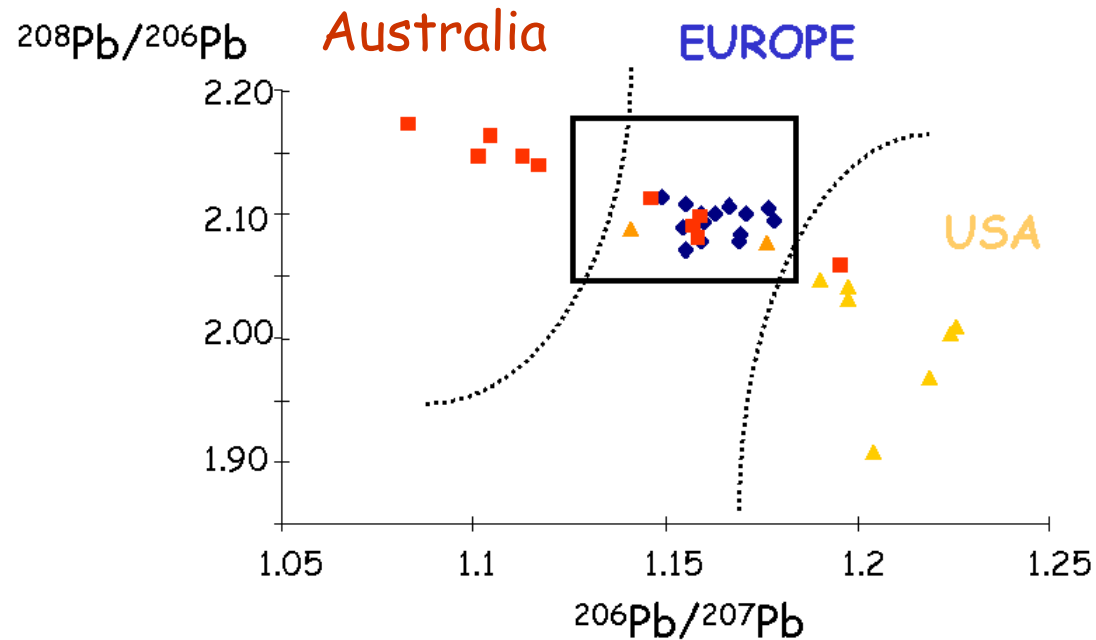
Analyses isotopes stables



Eau + alcool de sucre de canne !!

Analyses des isotopes minéraux

Additif au plomb dans l'essence pour voiture :
Rapports isotopiques différents selon le continent de production

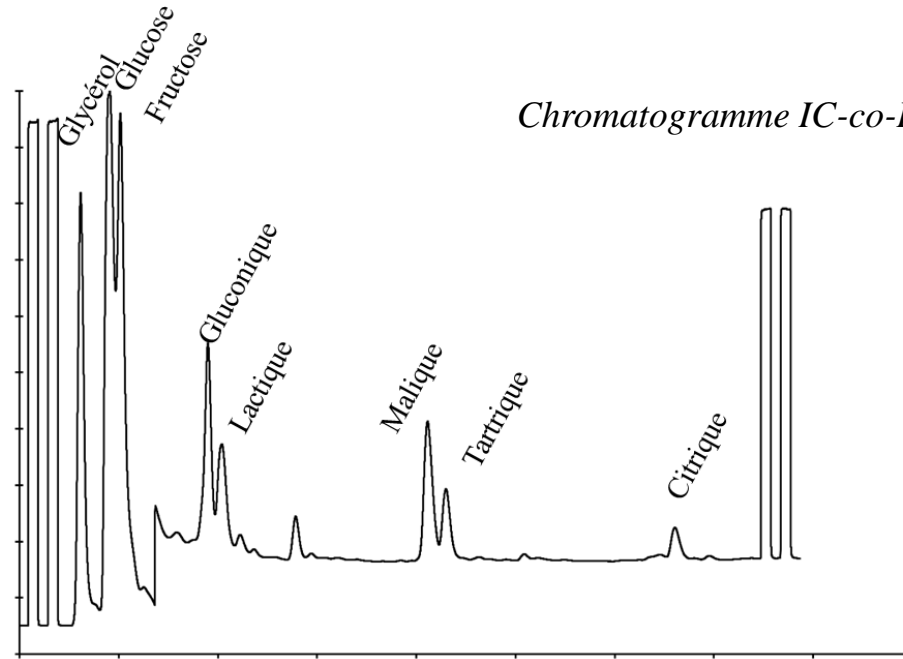


Intérêt pour la caractérisation de l'origine géographique

Couplage de l'IRMS avec
Chromatographie gazeuse
Chromatographie liquide
Chromatographie ionique



Rapports internes à partir des isotopes stables



Chromatogramme IC-co-IRMS obtenu pour un vin liquoreux

$$\Rightarrow R = \frac{^{13}\text{C}_{\text{Ac. Orga}}}{^{13}\text{C}_{\text{Glycerol}}} = 1.01 \pm 0.04$$

Constante d'authenticité!

Nécessité de l'analyse multivariée

Introduction de l'intelligence artificielle dans le contrôle alimentaire!

Construction de modèles basés sur un traitement mathématique de données analytiques provenant de différentes sources

Feuille de calcul divisée en 3 parties

- identification des échantillons
- variables
- définition des classe

1	Variabes : combinaison ou non de données isotopiques Concentration minérales GC / HPLC concentration Spectre ¹ H NMR Spectre IR ...		Classes (floral, géographique ...) Composition (%)			
2						
3						
..						
..						
n						

Elaboration du modèle mathématique

Données analytiques
des échantillons
contrôlés



Classification / prédiction

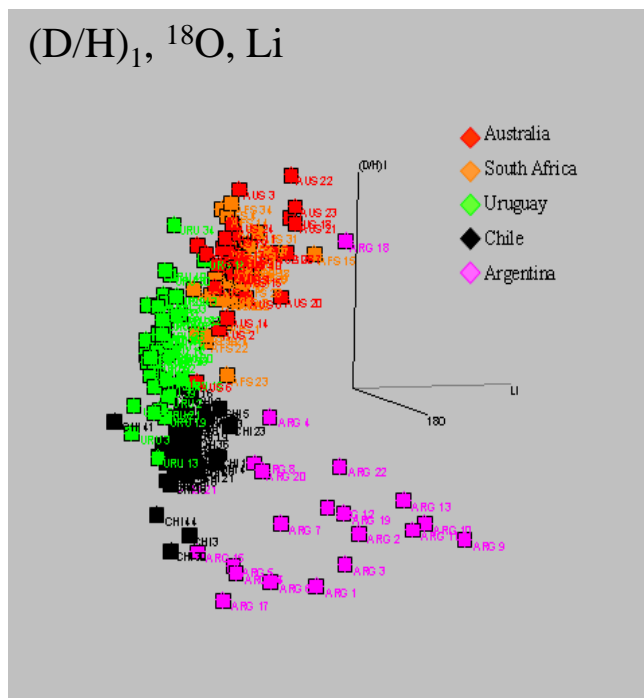
Point critique pour la fiabilité du modèle :

authenticité des échantillons!



Elaboration d'un modèle à partir de variables mesurées par différentes techniques

Classification des vins de l'hémisphère sud



Classification SIMCA

	Chile predict	South Africa predict	Uruguay predict	Australia predict	Argentina predict	% predict
Chile	47	0	0	0	0	100,0
South Africa	0	32	0	3	0	91,4
Uruguay	0	0	44	0	0	100,0
Australia	0	0	0	26	0	100,0
Argentina	0	0	0	0	22	100,0

➡ Intéressant pour l'étude des filières frauduleuses

1. Examen de l'étiquetage + analyses classiques
Majorité des falsifications !

2. Pour des interprétation plus fines : tout un jeux de techniques

3. Nécessité d'employer l'analyse multidimensionnelle

4. Nécessité de développer des rapports analytiques internes au vin et caractéristiques

MERCI DE VOTRE ATTENTION