

31997R0822

L 117/10

ÚŘEDNÍ VĚSTNÍK EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ

7.5.1997

NAŘÍZENÍ KOMISE (ES) č. 822/97**ze dne 6. května 1997,****kterým se mění nařízení (EHS) č. 2676/90, kterým se stanoví metody Společenství používané pro rozbor vín**

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského společenství,

s ohledem na nařízení Rady (EHS) č. 822/87 ze dne 16. března 1987 o společné organizaci trhu s vínem ⁽¹⁾, naposledy pozměněné nařízením (ES) č. 536/97 ⁽²⁾, a zejména na článek 74 uvedeného nařízení,vzhledem k tomu, že nařízení Komise (EHS) č. 2676/90 ⁽³⁾ naposledy pozměněné nařízením (ES) č. 69/96 ⁽⁴⁾ popisuje v příloze tyto metody rozboru; že byla vyvinuta metoda stanovení isotopového poměru kyslíku O/O vody ve víně vína a její platnost stanovena v souladu s mezinárodně uznávanými kritérii; že používání této metody může zavést lepší způsob kontroly pravosti vína a dalších vinařských produktů; že popis této nové metody byl přijat Mezinárodním úřadem pro révu a víno; že tuto metodu je třeba doplnit do uvedeného nařízení;

vzhledem k tomu, že opatření tohoto nařízení jsou v souladu se stanoviskem Řídícího výboru pro víno,

PŘIJALA TOTO NAŘÍZENÍ:

Článek 1

Příloha nařízení (EHS) č. 2676/90 se doplňuje kapitolou 43 uvedenou v příloze tohoto nařízení.

Článek 2

Toto nařízení vstupuje v platnost sedmým dnem po vyhlášení v Úředním věstníku Evropských společenství.

Toto nařízení je závazné v celém rozsahu a přímo použitelné ve všech členských státech.

V Bruselu dne 6. května 1997.

Za Komisi
Franz FISCHLER
člen Komise

⁽¹⁾ Úř. věst. L 84, 27.3.1987, s. 1.⁽²⁾ Úř. věst. L 83, 25.3.1997, s. 5.⁽³⁾ Úř. věst. L 272, 3.10.1990, s. 1.⁽⁴⁾ Úř. věst. L 14, 19.1.1996, s. 13.

PŘÍLOHA

URČENÍ ISOTOPOVÉHO POMĚRU O/O VODY VE VÍNECH

I. POPIS METODY

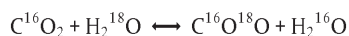
1. Cíl metody

Cílem této metody je změření isotopového poměru $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ vody různého původu. Isotopový poměr O/O může být vyjádřen odchylkou δ ‰ k hodnotě isotopového poměru mezinárodní referenční hodnoty V.SMOW:

$$\delta_i [\text{‰}] \left[\frac{R_i}{R_{\text{SMOW}}} - 1 \right] \times 1000$$

2. Princip

Izotopický poměr $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ se určuje hmotnostní spektrometrií izotopických poměrů (mass spectrometry of isotopic ratios – MSIR) z iontových proudů m/z 46 ($^{12}\text{C} \ ^{16}\text{O} \ ^{18}\text{O}$) a m/z 44 ($^{12}\text{C} \ ^{16}\text{O}$) vytvářených oxidem uhličitým získaným po výměně za vodu ve víně podle reakce



Pro rozbor se používá oxid uhličitý v plynné fázi.

3. Činidla

- Oxid uhličitý pro rozbor
- SMOW (Standard Mean Ocean Water)
- GISP (Greenland Ice Sheet Precipitation)
- SLAP (Standard Light Arctic Precipitation)
- Referenční voda typická pro laboratoř pečlivě standardizovaná s ohledem na referenční vzorek Mezinárodní agentury pro atomovou energii (MAAE) ve Vídni.

4. Laboratorní vybavení

- hmotnostní spektrometr isotopových poměrů s vnitřní opakovatelností 0,05 ‰
- trojitý kolektor pro současné zaznamenávání iontů m/z 44, 45 a 46 nebo, není-li k dispozici, dvojitý kolektor pro měření iontů m/z 44 a 46
- termostatický systém ($\pm 0,5$ °C) pro zavedení rovnováhy mezi CO_2 a obsahem vody ve víně
- vývěva schopná dosáhnout vnitřního tlaku 0,13 Pa
- ampule pro vzorky s objemem 15 ml a kapilární přípojně trubice o vnitřním průměru asi 0,015 mm
- Eppendorfova pipeta s plastovým kuželem na jedno použití.

5. Experimentální stanovení

5.1 Ruční metoda

Provozní režim rovnovážné metody

Zavedení vzorku

- Vezměte Eppendorfovu pipetu o pevném objemu 1,5 ml, upravte kužel a do baňky načerpejte kapalinu, která se má analyzovat, a baňku připojte k ventilu; současně zkontrolujte, že je pevně uzavřena.
- Operaci opakujte pro každou baňku na pracovní rampě, přičemž do jedné z baňek zavedte referenční vodu.

Odplynování rampy

Dvě rampy se ochladí kapalným dusíkem, pak se otevřením ventilů celý systém odvzdušní až na 0,1 mm Hg.

Pak uzavřete ventily a nechte vše ohřát. Odplynovací cyklus se opakuje až do doby, kdy tlak už dále nekolísá.

Rovnováha vody a CO₂

Ochlaďte pracovní rampu na -70 °C (směs kapalného dusíku a alkoholu), aby voda zmrzla a dejte celou soustavu do vakua. Po stabilizaci vakua izolujte rampu pomocí ventilu a odvzdušněte zaváděcí systém CO₂. Plyný CO₂ zaveďte do pracovní rampy a po jejím izolování od zbytku systému rampu vložte to termostátované lázně při 25 °C (± 0,5 °C) na 12 hodin (jednu noc). K optimalizaci nutné doby pro uvedení do rovnováhy se doporučuje připravit vzorky na konci dne a ponechat rovnováhu ustálit přes noc.

Převod CO₂ vyměněného v měřících buňkách

Na prázdnou linku vedle pracovní rampy se upraví držák vzorků, který nese tolik měřících kyvet, jako je baněk obsahujících vyměněný CO₂. Prázdné kyvety se pečlivě odvzdušní a vyměněné plyny obsažené v bankách se převedou postupně do měřících kyvet, které byly ochlazeny kapalným dusíkem. Pak se měřící kyvety mohou nechat ohřát na pokojovou teplotu.

5.2 Použití automatického přístroje pro výměnu

Aby nastala rovnováha, vzorkové ampule se naplní buď 2 ml vína, nebo 2 ml vody (pracovní reference laboratoře) a ochladí se na -18 °C. Do systému s ustavenou rovnováhou se zavedou podložní sklíčka obsahující zmrzlé vzorky a po vytvoření vakua v systému se zavede oxid uhličitý pod tlakem 800 hPa.

Rovnováhy je dosaženo při teplotě 22 ± 0,5 °C po období minimálně pěti hodin a při mírném promíchávání. Protože trvání rovnováhy závisí na geometrii ampulí, je třeba nejdříve stanovit pro používaný systém optimální dobu trvání.

Oxid uhličitý obsažený v ampulích se pak převede do vstupní komory hmotnostního spektrometru kapilární trubičkou a podle zvláštního protokolu pro každý druh zařízení se provede měření.

6. Výpočet a vyjádření výsledků

Relativní rozdíl δ' poměrových intenzit iontů m/z 46 a 44 (I_{46}/I_{44}) mezi vzorkem a referencí je vyjádřen v ‰ pomocí následující rovnice:

$$\delta' \text{ sample} \left[\frac{(I_{46}/I_{44}) \text{ sample}}{(I_{46}/I_{44}) \text{ reference}} - 1 \right] \times 1000$$

Obsah O vzorku ve srovnání k referenci V.SMOW na stupnici V.SMOW/SLAP je dán vztahem

$$\delta' 18\text{O} \left[\frac{\delta' \text{ sample} - \delta' \text{ SMOW}}{\delta' \text{ SMOW} - \delta' \text{ SLAP}} \right] \times 55,5$$

Hodnota přijatá pro SLAP se ve srovnání s V.SMOW rovná -55,5 ‰. Isotopový poměr reference musí být určen po každé sérii 10 měření na neznámých vzorcích.

7. Přesnost

— Opakovatelnost: r = 0,24 ‰.

— Reprodukovatelnost: R = 0,50 ‰.