

ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΣ (ΕΟΚ) αριθ. 3220/90 ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

της 7ης Νοεμβρίου 1990

που ορίζει τις προϋποθέσεις χρήσης ορισμένων οινολογικών πρακτικών που προβλέπονται από τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 822/87 του Συμβουλίου

Η ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΤΩΝ ΕΥΡΩΠΑΪΚΩΝ ΚΟΙΝΟΤΗΤΩΝ,

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΟΝ ΠΑΡΟΝΤΑ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟ:

Έχοντας υπόψη:

Άρθρο 1

τη συνθήκη για την ίδρυση της Ευρωπαϊκής Οικονομικής Κοινότητας,

τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 822/87 του Συμβουλίου της 16ης Μαρτίου 1987 για την κοινή οργάνωση της αμπελοοινικής αγοράς ⁽¹⁾, όπως τροποποιήθηκε τελευταία από τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 1325/90 ⁽²⁾, και ιδίως το άρθρο 15 παράγραφος 6,

Εκτιμώντας:

ότι για την πολυβινυλοπυρρολιδόνη και τα γαλακτικά βακτήρια, ο κανονισμός (ΕΟΚ) αριθ. 822/87 προέβλεψε ότι πρέπει να προσδιοριστούν οι προϋποθέσεις χρήσης·

ότι τα μέτρα που προβλέπονται στον παρόντα κανονισμό είναι σύμφωνα με τη γνώμη της Επιτροπής Διαχείρισης Οίνων,

1. Η πολυβινυλοπυρρολιδόνη, της οποίας η χρήση προβλέπεται στο παράρτημα VI παράγραφος 1 στοιχείο στ) και παράγραφος 3 στοιχείο κε) του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 822/87, δεν μπορεί να χρησιμοποιηθεί παρά μόνο αν ανταποκρίνεται στις προδιαγραφές που αναφέρονται στο παράρτημα I του παρόντος κανονισμού.

2. Τα γαλακτικά βακτήρια, των οποίων η χρησιμοποίηση προβλέπεται στο παράρτημα VI παράγραφος 1 στοιχείο ιζ) και παράγραφος 3 στοιχείο κστ) του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 822/87, δεν μπορούν να χρησιμοποιηθούν παρά μόνον αν ανταποκρίνονται στις προδιαγραφές που αναφέρονται στο παράρτημα II του παρόντος κανονισμού.

Άρθρο 2

Ο παρών κανονισμός αρχίζει να ισχύει την τρίτη ημέρα από τη δημοσίευσή του στην *Επίσημη Εφημερίδα των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων*.

Εφαρμόζεται από την 1η Σεπτεμβρίου 1990.

Ο παρών κανονισμός είναι δεσμευτικός ως προς όλα τα μέρη του και ισχύει άμεσα σε κάθε κράτος μέλος.

Βρυξέλλες, 7 Νοεμβρίου 1990.

Για την Επιτροπή

Ray MAC SHARRY

Μέλος της Επιτροπής

⁽¹⁾ ΕΕ αριθ. L 84 της 27. 3. 1987, σ. 1.

⁽²⁾ ΕΕ αριθ. L 132 της 23. 5. 1990, σ. 19.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι

ΠΡΟΔΙΑΓΡΑΦΕΣ ΓΙΑ PVPP

Η πολυβινυλοπυρρολιδόνη (PVPP), της οποίας η χρήση προβλέπεται στο παράρτημα VI παράγραφος 1 στοιχείο ιστ) και παράγραφος 3 στοιχείο κε) του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 822/87, είναι τρισδιάστατο διαρθρωμένο με στατιστικό τρόπο πολυμερές [1. (2 οξο-1 πυρολιδαιθυλένιο)].

Παρασκευάζεται από τον πολυμερισμό της Ν-Βινυλ-2-πυρρολιδόνης παρουσία καυστικής σόδας ή Ν'Ν-δινυλιμιδαζολιδόνης ως καταλύτη.

ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ

Λευκή ως υπόλευκη ελαφρά σκόνη.

Αδιάλυτη στο νερό στους οργανικούς διαλύτες.

Αδιάλυτη στα ισχυρά ανόργανα οξέα και τα αλκάλια.

ΔΟΚΙΜΕΣ

1. Απώλεια κατά την ξήρανση

Μικρότερη από 5% υπό τις ακόλουθες συνθήκες:

Τοποθετούνται 2 γραμμάρια PVPP σε κάψα από οξειδίο του πυριτίου διαμέτρου 70 mm · ξηραίνεται στον κλίβανο σε 100 έως 105° C επί 6 ώρες. Αφήνεται να ψυχθεί σε ξηραντήρια και ζυγίζεται.

Παρατήρηση:

Όλες οι οριακές τιμές που τίθενται παρακάτω ανάγονται επί ξηρού προϊόντος.

2. Τέφρα

Βάρος τέφρας μικρότερο από 0,5% υπό τις ακόλουθες συνθήκες:

Προοδευτική αποτέφρωση, χωρίς η θερμοκρασία να υπερβαίνει τους 500 έως 550° C του υπολείμματος που έχει προκύψει από τη δοκιμή 1 και ακολουθεί ζύγιση.

3. Αρσενικό

Λιγότερο από δύο μέρη ανά εκατομμύριο υπό τις ακόλουθες συνθήκες.

Προετοιμασία του υπό δοκιμή προϊόντος:

Τοποθετείστε 0,5 γραμμάρια PVPP σε φιάλη με κοίλο από βοριοπυριτικό γυαλί πυθμένα, τοποθετημένη σε δίσκο με οπή και της οποίας το στόμιο διατηρείται κεκλιμένο.

Προσθέτετε 5 ml καθαρού θειικού οξέος (RAs) και 10 ml καθαρού νιτρικού οξέος (RAs) και θερμένετε προοδευτικά. Μόλις το μείγμα αρχίσει να καφετιάξει προσθέτετε μικρή ποσότητα νιτρικού οξέος εξακολουθώντας να θερμένετε και συνεχίζετε κατ' αυτό τον τρόπο μέχρι το υγρό να μείνει άχρωμο και ο κενός χώρος της φιάλης να γεμίσει λευκούς καπνούς SO₃. Το αφήνουμε να κρυώσει, παραλαμβάνουμε με 10 ml νερού και θερμαίνουμε και πάλι για να φύγουν οι νιτρώδεις ατμοί, μέχρι να δούμε λευκούς καπνούς. Επαναλαμβάνεται η ίδια διαδικασία και δεύτερη φορά · μετά από την τρίτη φορά βράζεται στιγμιαία, ψύχεται και ο όγκος συμπληρώνεται με νερό μέχρι τα 40 ml.

Αντιδραστήρια (RAs)

1. Πυκνό αρσενικό διάλυμα (100 mg αρσενικού ανά λίτρο)

Ζυγίζονται με ακρίβεια 0,132 γραμμάρια αρσενικόδους ανυδρίτη ο οποίος έχει προηγουμένως ξηρανθεί σε 100° C και τοποθετείται σε κωνική φιάλη (500 ml. Προστίθενται 3 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου και 20 ml ύδατος. Ανακινείται μέχρις πλήρους διαλύσεως. Εξουδετερώνεται αυτό το αρσενικόδες υγρό με τη βοήθεια 15 ml θειικού οξέος αραιωμένου 10% (p/p) και προστίθεται κεκορεσμένο βρωμιούχο ύδωρ (R), έως ότου σταθεροποιηθεί ο κίτρινος χρωματισμός του ελεύθερου βρώμιου (θεωρητικώς, 7 ml). Βράζεται προκειμένου να αποβληθεί η περίσσεια βρώμιου, μεταγγίζεται σε ογκομετρική φιάλη 1 000 ml και ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με απεσταγμένο ύδωρ.

2. Αραιό αρσενικό διάλυμα (1 mg αρσενικού ανά λίτρο)

Αναμιγνύεται: πυκνό αρσενικό διάλυμα συγκέντρωσης 100 mg αρσενικού ανά λίτρο ..	10 ⁴ ml
απεσταγμένο ύδωρ q.s.p.	1 000 ml

1 ml του διαλύματος αυτού περιέχει 1/1 000 του mg αρσενικού.

3. Βαμβάκι με οξικό μόλυβδο

Εμποτίζεται το υδρόφιλο βαμβάκι με διάλυμα οξικού μολύβδου 5% (M/V), προσθέτοντας και 1% οξικού οξέος. Στραγγίζεται το βαμβάκι και στεγνώνεται στον αέρα. Διατηρείται σε καλά κλεισμένο φιαλίδιο.

4. Υδρόφιλο βαμβάκι που ξηραίνεται στον κλίβανο σε 100° C

Διατηρείστε το φιαλίδιο καλά κλειστό.

5. Χαρτί βρωμιούχου υδράργυρου

Σε κυψελίδα παραλληλόγραμου σχήματος τοποθετείται αλκοολικό διάλυμα βρωμιούχου υδραργύρου σε 5%. Εμβαπτίζεται στο διάλυμα αυτό λευκό διηθητικό χαρτί βάρους 80 γραμμαρίων ανά τετραγωνικό μέτρο, κομμένο σε τεμάχια 15 x 22 cm και διπλωμένο στα δύο. Στραγγίζεται το χαρτί και αφήνεται να στεγνώσει στο σκοτάδι ακουμπισμένο σε μη μεταλλικό σύρμα. Αφαιρείται η πτυχή με 1 cm περιθώριο και η κάτω από αυτή ταινία πάλι με 1 cm περιθώριο. Κόβεται το χαρτί σε τετράγωνα κομμάτια 15 x 15 mm · διατηρείται σε καλά κλεισμένο φιαλίδιο, τυλιγμένο σε μαύρο χαρτί.

6. Διάλυμα χλωριούχου κασσίτερου

Προσβολή εν ψυχρώ 20 γραμμαρίων καθαρού κασσίτερου, αναλυτικής καθαρότητας: ψίγματα, με 100 ml καθαρού υδροχλωρικού οξέος, $d = 1,19$. Διατηρείται παρουσία μεταλλικού ψευδάργυρου προστατευόμενο από τον αέρα σε φιαλίδιο με πώμα με βαλβίδα.

7. Διάλυμα ιωδιούχου καλλίου

Ιωδιούχο κάλλιο 10 g
Υδωρ, q.s.p. 100 ml

8. Νιτρικό (οξύ) για την ανίχνευση του αρσενικού (RAs)

Οξύ πυκνότητας 1,38 στους 20° C, που περιέχει από 61,5 έως 65,5 % νιτρικού οξέος HNO_3 . Δεν πρέπει να αφήνει σταθερό υπόλειμμα μεγαλύτερο από 0,0001 %. Δεν πρέπει να περιέχει μόλυβδο ανιχνεύσιμο με διθιζόνη, ούτε πάνω από 1 εκατομμυριοστό ιόντων χλωρίου, πάνω από 2 εκατομμυριοστά θεικών ιόντων, 2 εκατομμυριοστά ορθοφωσφορικών ιόντων, πάνω από 1 εκατοντάκις εκατομμυριοστό αρσενικού.

9. Θεικό οξύ για την ανίχνευση του αρσενικού (RAs)

Οξύ πυκνότητας 1,831 έως 1,835 σε 20 % vol. που περιέχει 95 % τουλάχιστον θεικού οξέος H_2SO_4 . Δεν πρέπει να περιέχει πάνω από 2 εκατομμυριοστά βαρέα μέταλλα, 1 εκατομμυριοστό σιδήρου, 1 εκατομμυριοστό ιόντα χλωρίου, 1 εκατομμυριοστό νιτρικά ιόντα, 5 εκατομμυριοστά ιόντων αμμωνίου, 2 εκατοστά εκατομμυριοστά αρσενικού.

10. Αραιό διάλυμα θεικού οξέως κατά 20 % (V/V)

(36 γρ. H_2SO_4 για 100 ml)

Αναμιγνύεται:

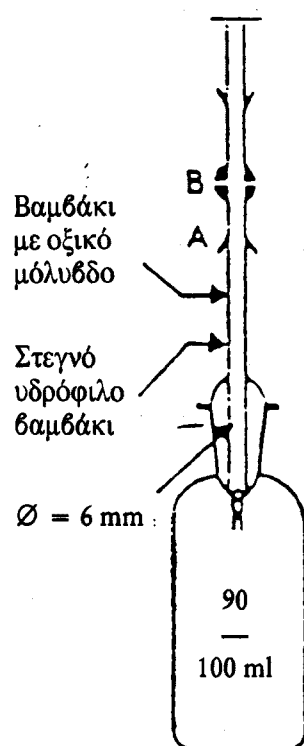
καθαρό θεικό οξύ (RAs) 200 ml
απεσταγμένο ύδωρ, q.s.p. 1 000 ml

11. Επιπλατινωμένος ψευδάργυρος

Καθαρός ψευδάργυρος, απαλλαγμένος αρσενικού, σε ψίγματα ή κυλίνδρους, επιπλατινώνεται τοποθετώντας τον σε κυλινδρικό δοχείο και καλύπτοντάς τον με διάλυμα χλωριούχου λευκόχρυσου 1 προς 20 000. Μετά από δύο ώρες επαφής ο ψευδάργυρος πλένεται με απεσταγμένο ύδωρ, στραγγίζεται σε τετράγωνο από πολλά πάχη στυπόχαρτο, ξηραίνεται και τοποθετείται σε στεγνό φιαλίδιο.

Πρέπει να εξακριβωθεί ότι 5 γραμμάρια αυτού του ψευδάργυρου που τοποθετούνται στη συσκευή που περιγράφεται παρακάτω με 4,5 ml θεικού οξέος που ο όγκος τους έχει συμπληρωθεί με ύδωρ στα 40 ml και στα οποία προστίθενται στη συνέχεια 2 σταγόνες χλωριούχου κασσίτερου και 5 ml διαλύματος ιωδιούχου καλλίου 10 % δεν περιέχει καμία κηλίδα, μετά από 2 ώρες τουλάχιστον, στο χαρτί θρωμιούχου υδράργυρου. Πρέπει να διαπιστωθεί επίσης ότι 1 μg αρσενικού που χρησιμοποιείται, όπως αναφέρεται παρακάτω, δεν παρέχει κηλίδα άξια λόγου.

Περιγραφή της συσκευής:



Χρησιμοποιείται φιάλη των 90 έως 100 ml κλειστή με υάλινο πώμα εφοδιασμένο με υάλινο σωλήνα εσωτερικής διαμέτρου 6 mm και μήκους 90 mm. Το κάτω μέρος αυτού του σωλήνα έχει λεπτυνθεί και φέρει μια πλευρική οπή (ασφαλιστική διάταξη για αποφυγή μεταφοράς σταγονιδίων). Το πάνω μέρος καταλήγει σε επίπεδη εσφυρισμένη επιφάνεια κάθετη με τον άξονα. Ένας άλλος υάλινος σωλήνας με την ίδια εσωτερική διάμετρο και 30 mm μήκος, που καταλήγει σε επίπεδη εσφυρισμένη επιφάνεια ανάλογη με την προηγούμενη, μπορεί να στερεωθεί σ' αυτή και να στηρίζεται με 2 σπειροειδή ελατήρια, ή 2 δακτύλιους από καουτσούκ (βλέπε σχήμα).

Τρόπος εργασίας:

Στο σωλήνα διαφυγής τοποθετείται, στο A, δύσμα από στεγνό υδρόφιλο βαμβάκι, μετά δύσμα από βαμβάκι με οξικό μόλυβδο.

Τοποθετείται τετράγωνο χαρτί με θρωμιούχο υδράργυρο μεταξύ των δύο τμημάτων του σωλήνα διαφυγής στο B και ενώνονται τα δύο μέρη του σωλήνα.

Στη φιάλη τοποθετούνται τα 40 ml του θεικού υγρού, 2 σταγόνες διαλύματος χλωριούχου ψευδάργυρου II, και 5 ml διαλύματος ιωδιούχου καλλίου. Μετά από 15 λεπτά προστίθενται 5 γραμμάρια επιπλατινωμένου ψευδάργυρου και κλείνεται αμέσως η φιάλη από το σωλήνα, ο οποίος έχει προηγουμένως εφοδιαστεί καταλλήλως.

Η έκλυση συνεχίζεται μέχρι να σταματήσει (2 ώρες τουλάχιστον). Λύεται η συσκευή, το τετράγωνο χαρτί με το θρωμιούχο υδράργυρο, βυθίζεται σε 10 ml διάλυμα ιωδιούχου ποτάσιου επί μισή ώρα, ανακινώντας από καιρό σε καιρό· ξεπλένεται με άφθονο ύδωρ και αφήνεται να στεγνώσει.

Η φαιά ή κίτρινη κηλίδα δεν πρέπει να φαίνεται ή πρέπει να είναι λιγότερο έντονη από εκείνο που λαμβάνεται σε παράλληλη δοκιμή που πραγματοποιείται με 1 ml αρσενικού διαλύματος σε 1 μg ανά ml, όπου προστίθενται 4,5 ml καθαρού θεικού οξέος και συμπληρώνεται ως τα 40 ml με νερό, στο οποίο προσθέτουμε στη συνέχεια 2 σταγόνες χλωριούχου κασσίτερου και 5 ml διαλύματος ιωδιούχου καλλίου κατά 10 %.

4. Βαρέα μέταλλα

Εκφραζόμενα σε μόλυβδο, λιγότερα από 20 μέρη ανά εκατομμύριο υπό τις ακόλουθες συνθήκες:

Μετά από ζύγισμα οι τέφρες διαλύονται σε 1 ml υδροχλωρικού οξέως και 10 ml απεσταγμένου ύδατος. Θερμαίνεται για να ενεργοποιηθεί η διάλυση. Ο όγκος συμπληρώνεται με απεσταγμένο ύδωρ ως τα 20 ml · 1 ml του διαλύματος αυτού περιέχει τις ανόργανες ύλες των 0,10 γραμμαρίων PVPP.

10 ml του διαλύματος της στάχτης τοποθετούνται σε δοκιμαστικό σωλήνα 160 × 16 με 2 ml διαλύματος καθαρού φθοριούχου νατρίου 4%, 0,5 ml καθαρής αμωνίας, 3 ml ύδατος, 0,5 ml καθαρού οξικού οξέος και 2 ml κεκορεσμένου υδατικού διαλύματος υδροθείου. Δεν πρέπει να δημιουργηθεί ίζημα. Αν παρουσιαστεί φαιός χρωματισμός, πρέπει να είναι ασθενέστερος από εκείνον που παρουσιάζεται από το μάρτυρα που παρασκευάζεται ως εξής:

Σε δοκιμαστικό σωλήνα 160 × 16, τοποθετούνται 2 ml διαλύματος που περιέχει 0,01 γραμμάρια μολύβδου (Pb) σε 1 l (10 mg Pb ανά λίτρο) 15 ml ύδατος, 0,5 ml φθοριούχου νατρίου 4% (M/V) 0,5 ml καθαρού οξικού οξέος και 2 ml κεκορεσμένου υδατικού διαλύματος υδροθείου. Ο σωλήνας αυτός περιέχει 20 μg μολύβδου.

Παρατήρηση:

Σε αυτή τη συγκέντρωση, ο θειούχος μόλυβδος καταβυθίζεται μόνο σε οξικό περιβάλλον · θα μπορούσε να ληφθεί καταβύθιση μολύβδου μόνο παρουσία 0,05 ml υδροχλωρικού οξέος για 15 ml, αλλά η συγκέντρωση αυτή είναι πολύ δύσκολο να ρυθμιστεί ακριβώς στην πράξη.

Αντικαθιστώντας τα 0,5 ml οξικού οξέος με 0,5 ml υδροχλωρικού οξέος καταβυθίζεται μόνο ο χαλκός, ο ψευδάργυρος κ.λπ.

Ο σίδηρος, που μπορεί ενδεχομένως να υπάρχει, συνήθως σε τρισηνή κατάσταση, οξειδώνει το υδροθείο δημιουργώντας καταβύθιση του θείου που καλύπτει το κολλοειδές ίζημα του θειούχου μολύβδου. Συμπλοκοποιημένος με 0,5 ml φθοριούχου νατρίου ο σίδηρος οξειδώνει το θειικό οξύ πιο αργά.

Η ποσότητα αυτή αρκεί να συμπλοκοποιήσει 1 mg σιδήρου III. Αυξάνεται η ποσότητα του φθοριούχου νατρίου αν υπάρχει περισσότερος σίδηρος.

Για τα προϊόντα που περιέχουν ασβέστιο πρέπει να γίνει διήθηση μετά την προσθήκη φθοριούχου ενώσεως.

5. Ολικό άζωτο

που περιλαμβάνεται μεταξύ 11 και 12,8% υπό τις ακόλουθες συνθήκες:

Συσκευή:

A) Η συσκευή αποτελείται από:

1. Μία φιάλη A του 1 λίτρου από βοριοπυριτικό γυαλί, που χρησιμοποιείται ως λέβητας και είναι εφοδιασμένη με χωνί με στρόφιγγα για το γέμισμα. Μπορεί να θερμαίνεται από εστία που λειτουργεί με ηλεκτρικό ή γκάζι.
2. Έναν επιμηκή σωλήνα Γ που χρησιμεύει για να συλλέγεται το καταναλούμενο υγρό που έρχεται από τη διάταξη διοχέτευσης ατμών Β.
3. Μία διάταξη διοχέτευσης ατμών Β των 500 ml με κεκλιμένο στόμιο · ο σωλήνας εισόδου πρέπει να φτάνει στο χαμηλότερο σημείο της φιάλης. Ο σωλήνας εξόδου διαθέτει σφαιρίδιο για την αποφυγή της μεταφοράς σταγονιδίων που αποτελεί το ανώτατο τμήμα της διάταξης διοχέτευσης ατμών. Ένα χωνί Ε με στρόφιγγα επιτρέπει την εισαγωγή του υγρού προς επεξεργασία και του αλκαλικού διαλύματος.
4. Ψυκτήρας, μήκους 30 — 40 cm, κάθετος, που καταλήγει σε σφαίρα με λεπτό περιστόμιο.
5. Κωνική φιάλη 250 ml που προορίζεται για τη συλλογή του αποστάγματος.

B) Φιάλη υγρής αποτέφρωσης, ωοειδούς σχήματος 300 ml, με μακρύ λαιμό.

Απαραίτητα υλικά:

Καθαρό θειικό οξύ,

Καταλύτης υγρής αποτέφρωσης,

Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 30% (m/m),

Διάλυμα καθαρού βορικού οξέος 40% (m/v),

Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,1 N,

Μικτός δείκτης από πράσινο της δρωμοκρεσόλης και από ερυθρό του μεθυλίου.

Ο λέβητας πρέπει να περιέχει νερό οξυρισμένο με 1% θειικό οξύ. Αυτό το υγρό πρέπει να βράζεται πριν από κάθε ενέργεια, η στρόφιγγα καθαρισμού Ρ πρέπει να είναι ανοιχτή για να αποβάλλεται το CO₂.

Τρόπος λειτουργίας:

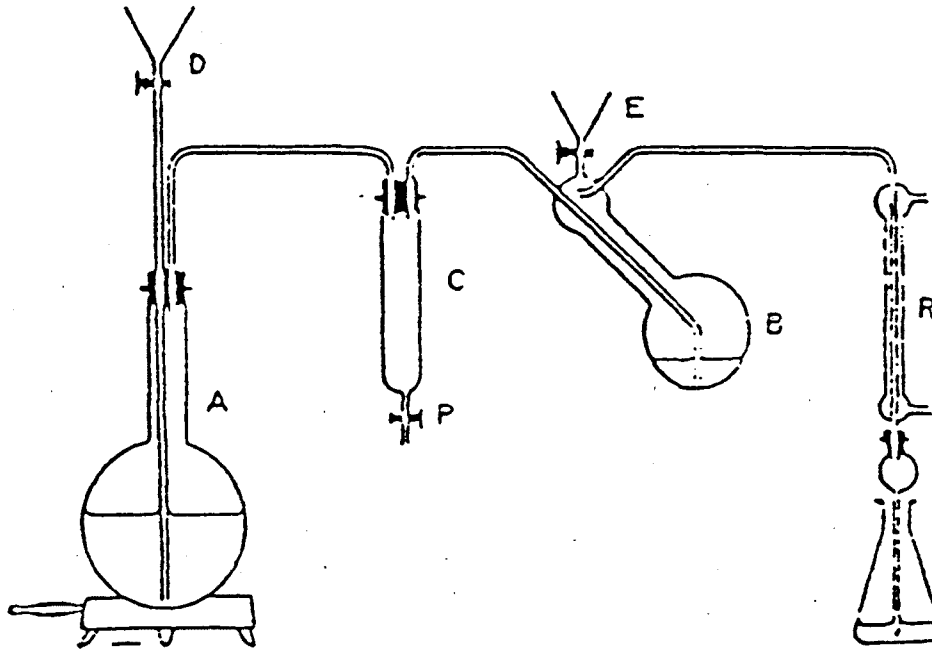
Στη φιάλη υγρής αποτέφρωσης, εισάγονται περίπου 0,20 γραμμάρια PVPP που έχουν ζυγιστεί με ακρίβεια. Προστίθενται 2 γραμμάρια καταλύτη ανοργανοποίησης και 15 ml καθαρού θειικού οξέος.

Θερμαίνεται στη γυμνή φλόγα, ενόσω το στόμιο της ωοειδούς φιάλης διατηρείται κεκλιμένο, έως ότου το διάλυμα καταστεί άχρωμο και τα τοιχώματα της φιάλης απαλλαγούν από τα απανθρακωμένα προϊόντα.

Αφού κρυώσει, διαλύεται με 50 ml νερού και ψύχεται· το υγρό αυτό μεταγγίζεται στη διάταξη διοχέτευσης Β από το χωνί Ε· προστίθενται ύστερα 40 ή 50 ml διαλύματος σόδας 30 %, εις τρόπον ώστε να επιτευχθεί πλήρης αλκαλινοποίηση του υγρού και να παρασύρει την αμμωνία δια του ατμού, συλλέγοντας το απόσταγμα σε 5 ml διαλύματος βορικού οξέος που έχουν τοποθετηθεί από πριν στην κωνική φιάλη-υποδοχέα με 10 ml ύδατος, ενώ το άκρο της φύσιγγας είναι θυθισμένο στο υγρό. Προστίθενται 1 ή 2 σταγόνες μικτού δείκτη και συγκεντρώνονται 70 — 100 ml αποστάγματος. Το απόσταγμα ογκομετρείται με το διάλυμα 0,1 N υδροχλωρικού οξέος μέχρι αλλαγής του χρώματος του δείκτη σε ροδόχρουν-ιώδες.

1 ml διαλύματος 0,1 N υδροχλωρικού οξέος αντιστοιχεί σε 1,4 mg αζώτου.

Συσκευή απόσταξης της αμμωνίας
σε ρεύμα υδρατμού
(των Parnas και Wagner)



Οι στρόφιγγες Ρ και Ε μπορούν να αντικατασταθούν από πλαστική σύνδεση των δύο σωλήνων με δαλβίδα Mohr

6. Διαλυτότητα σε υδατινό περιβάλλον

Μικρότερη από 0,5 % υπό τις ακόλουθες συνθήκες:

Τοποθετούνται 10 γραμμάρια PVPP σε φιάλη των 200 ml που περιέχει 100 ml απεσταγμένου ύδατος. Ανακινείται και παραμένει σε επαφή για 24 ώρες. Διηθείται με διηθητικό διάφραγμα πορώδες 2,5 μέτρων έπειτα με φίλτρο πορώδες 0,8 μέτρων. Το υπόλειμμα που μένει μετά την εξάτμιση του διηθήματος μέχρι ξηρού, σε υδατόλουτρο πρέπει να είναι μικρότερο από 50 mg

7. Διαλυτότητα σε όξινο και αλκοολικό περιβάλλον

Μικρότερη από 1 % υπό τις ακόλουθες συνθήκες:

Τοποθετείται 1 γραμμάριο PVPP σε φιάλη που περιέχει 500 ml του ακόλουθου μίγματος:

Οξικό οξύ	3 γραμμάρια
Αιθανόλη	10 ml
Νερό	100 ml

Παραμένει σε επαφή επί 24 ώρες. Διηθείται με φίλτρο πορώδες 2,5 μέτρων έπειτα με φίλτρο πορώδες 0,8 μέτρων. Το διήθημα συμπυκνώνεται σε υδατόλουτρο. Περαιτώνεται η εξάτμιση σε υδατόλουτρο σε κάψα από διοξείδιο του πυριτίου, διαμέτρου 70 mm, η οποία έχει προζυγιστεί. Το υπόλειμμα που μένει μετά την εξάτμιση, σε ξηρά κατάσταση, πρέπει να είναι μικρότερο από 10 mg, λαμβανομένου υπόψη του υπολείματος που έχει, ενδεχομένως, απομείνει μετά την εξάτμιση 500 ml του μίγματος οξικού οξέος-αιθανόλης.

8. Αποτελεσματικότητα της PVPP έναντι της απορρόφησης των φαινολικών συστατικών

Η εκατοστιαία δραστηριότητα ορίζεται ανάλογα με τις ακόλουθες προϋποθέσεις — πρέπει να είναι ίσο ή μεγαλύτερο από 30 %.

A. Αντιδραστήρια:

1. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,1 N.
2. Διάλυμα σαλικυλικού οξέος 0,1 N
(13,81 γραμμάρια σαλικυλικού οξέος διαλύονται σε 500 ml μεθανόλης και μετά διαλύονται σε 1 λίτρο ύδατος).

B. Τρόπος εργασίας:

1. Ζυγίζονται 2-3 γραμμάρια PVPP σε κωνική φιάλη 250 ml και σημειώνεται το βάρος με ακρίβεια 0,001 γραμμαρίων.

2. Υπολογίζεται το στερεό υπόλειμμα του δείγματος (ποσοστό στερεού), καταγράφεται P σε εκατοστιαία αναλογία με ακρίβεια πρώτου δεκαδικού ψηφίου.
3. Προστίθεται το διάλυμα σαλικυλικού οξέος 0,1 N σύμφωνα με τον τύπο:

$$43 \times W \times P = \text{ml που πρέπει να προστεθούν.}$$
4. Κλείνεται το φιαλίδιο και ανακινείται επί 5 λεπτά.
5. Το μίγμα, 25 °C, τοποθετείται σε χωνί που φέρει φίλτρο, πάνω σε λύχνο Buchner συνδεδεμένο με φιαλίδιο των 250 ml· εκκενώνεται ο αέρας μέχρις ότου ληφθεί διήθημα αρκετό, ώστε να επιτρέψει τη λήψη 50 ml (το διήθημα πρέπει να είναι διαυγές).
6. Λαμβάνονται με σιφώνιο 50 ml του διηθήματος σε κωνική φιάλη των 250 ml.
7. Προσδιορίζεται με διάλυμα καυστικού νατρίου 0,1 N το σημείο εξουδετέρωσης με τη φαινολοφθαλεΐνη και σημειώνεται ο όγκος V_s.
8. Προσδιορίζονται κατά τον ίδιο τρόπο 50 ml διαλύματος σαλικυλικού οξέος (μάρτυρας) κατά τον ίδιο τρόπο και σημειώνεται ο όγκος V_b.

Γ. Υπολογισμός:

$$\% \text{ δραστηριότητας} = \frac{V_b - V_s}{V_b} \times 100$$

Παρατήρηση:

Όλες οι οριακές τιμές, που ορίζονται στα σημεία 2 έως 8, ανάγονται επί ξηρού προϊόντος.

9. Ελεύθερη N-δινυλοπυρρολιδόνη — Μη υπερβαίνουσα 0,1 %

Μέθοδος

Σχηματίζεται εναιώρημα 4,0 γραμμαρίων δείγματος σε 30 ml ύδατος, ανακινείται επί 15 λεπτά, χύνεται μέσω ηθμού από πλάκα τετηγμένου γυαλιού 9 έως 15 μm (τύπος G4) σε κωνική φιάλη των 250 ml. Πλένεται το υπόλειμμα με 100 ml ύδατος, προστίθενται 500 mg οξικού νατρίου στα συνδυασμένα διηθήματα και προσδιορίζεται ποσοτικώς με ιώδιο 0,1 N μέχρι σταθεροποίησης του χρώματος του ιωδίου. Προστίθενται 3,0 ml επιπλέον ιώδιο 0,1 N, αφήνεται σε ηρεμία 10 λεπτά και η περίσσεια του ιωδίου προσδιορίζεται ποσοτικά με τη βοήθεια υποθειώδους νατρίου 0,1 N· προστίθενται 3 ml αμύλου ΟΔ (ουσία δοκιμής), μέχρι περίπου του σημείου αλλαγής χρώματος του δείκτη. Πραγματοποιείται τυφλός προσδιορισμός. Η κατανάλωση ιωδίου δεν υπερβαίνει 0,72 ml, πράγμα που αντιστοιχεί σε 0,1 % το πολύ δινυλοπυρρολιδόνης.

10. Ελεύθερη N'N-διβινυλιμιδαζολιδίνη — Μη υπερβαίνουσα 2 mg/kg

Αρχή

Ποσοτικός προσδιορισμός με χρωματογραφία αέριας φάσης σε τριχοειδή στήλη μεταφοράς ελεύθερης N'N-διβινυλιμιδαζολιδίνης σε διαλύτη (ακετόνη), η οποία προέρχεται από μη διαλύτη PVP.

Διάλυμα εσωτερικού προτύπου

Διαλύονται 100 mg νιτριλίου επτανοϊκού οξέος (νιτρίλιο ενανθικού οξέος) ζυγισμένο με ακρίβεια 0,1 mg σε 500 ml ακετόνης.

Παρασκευή του δείγματος

Ζυγίζονται 2 έως 2,5 γραμμάρια πολυμερούς με ακρίβεια 0,2 mg και τοποθετούνται σε κωνική φιάλη των 50 ml. Με τη βοήθεια σιφωνίου προστίθενται 5 ml διαλύματος εσωτερικού προτύπου και 20 ml ακετόνης. Το μίγμα ανακινείται επί 4 ώρες, αφήνεται να κατακαθίσει και να σταθεροποιηθεί τουλάχιστον 15 ώρες και το επιπλέον υγρό αναλύεται με χρωματογραφία αέριας φάσης.

Διάλυμα αναφοράς

Ζυγίζονται 25 mg N'N-διβινυλιμιδαζολιδίνης με ακρίβεια 0,2 mg και τοποθετούνται σε φιαλίδιο· συμπληρώνονται με ακετόνη μέχρι τα 100 ml. Με τη βοήθεια σιφωνίου μεταγγίζονται σε άλλη ογκομετρική φιάλη 50 ml, 0,2 ml και συμπληρώνονται με ακετόνη μέχρι τη χαραγή. Μεταγγίζονται 2 ml αυτού του διαλύματος σε άλλη φιάλη, προστίθενται 5 ml του διαλύματος εσωτερικού προτύπου (βλέπε παραπάνω) και συμπληρώνονται με ακετόνη μέχρι τα 25 ml.

Συνθήκες χρωματογραφίας αέριας φάσης

- | | |
|--|--|
| — Στήλη: | Τριχοειδής «DB-Wax» (τετηγμένο διοξείδιο πυριτίου) (τρισδιάστο Carbowax 20 ml), μήκους 30 mm, εσωτερικής διαμέτρου 0,25 mm, πάχους ταινίας 0,5 μm. |
| — Στήλη προγραμματιζόμενης θερμοκρασίας: | 140 °C έως 240 °C, 4° ανά λεπτό. |
| — Διάταξη έγχυσης: | Διάταξη έγχυσης split 220 °C.
Split εκροής 30 ml. |
| — Ανιχνευτής: | Θερμοϊονικός ανιχνευτής (με βελτιστοποίηση των συνθηκών λειτουργίας σύμφωνα με τις οδηγίες του κατασκευαστή) 250 °C. |
| — Φέρων αέριο: | Ήλιο, 1 bar (υπερπίεση) |
| — Εγγεόμενη ποσότητα: | 1 μl υπερκείμενου υγρού από το διάλυμα του δείγματος ή από το διάλυμα βαθμονόμησης. |

Διαδικασία:

Αξιόπιστος προσδιορισμός του συντελεστή βαθμονόμησης για τις ειδικές συνθήκες ανάλυσης χάρη στις επανειλημμένες εγχύσεις διαλύματος αναφοράς. Ανάλυση του δείγματος. Η περιεκτικότητα σε Ν'Ν-διβινυλιμιδαζολιδίνη στη μη διαλυτή PVP δεν μπορεί να είναι μεγαλύτερη από 0,1 %.

Υπολογισμός του συντελεστή βαθμονόμησης

$$f = \frac{W_D \times A_{St}}{W_{St} \times A_D}$$

W_D = ποσότητα χρησιμοποιηθείσας Ν'Ν-διβινυλιμιδαζολιδίνης (mg)

W_{St} = ποσότητα εσωτερικού προτύπου (mg)

A_{St} = εμβαδόν κορυφής που αντιστοιχεί στο εσωτερικό πρότυπο

A_D = εμβαδόν κορυφής που αντιστοιχεί στην Ν'Ν-διβινυλιμιδαζολιδίνη

Υπολογισμός της περιεκτικότητας σε Ν'Ν-διβινυλιμιδαζολιδίνη

$$C_D = \frac{1\ 000 \times f \times A_D \times W_{St}}{A_{St} \times W_s} \text{ (mg/kg)}$$

C_D = συγκέντρωση της Ν'Ν-διβινυλιμιδαζολιδίνης σε (mg/kg)

f = συντελεστής βαθμονόμησης

A_D = εμβαδόν κορυφής που αντιστοιχεί στη Ν'Ν-διβινυλιμιδαζολιδίνη

W_{St} = ποσότητα εσωτερικού προτύπου που προστέθηκε στο δείγμα (mg)

A_{St} = εμβαδόν της κορυφής που αντιστοιχεί στο εσωτερικό δείγμα

W_s = ποσότητα χρησιμοποιηθέντος δείγματος (g).

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ ΙΙ**ΓΑΛΑΚΤΙΚΑ ΒΑΚΤΗΡΙΑ****Περιγραφή**

Τα γαλακτικά βακτήρια των οποίων η χρησιμοποίηση προβλέπεται στο παράρτημα VI παράγραφος 1 στοιχείο κζ) και παράγραφος 3 στοιχείο κστ) του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 822/87 πρέπει να ανήκουν στα είδη: *Leuconostoc*, *Lactobasillus* ή/και *Pedococcus*. Πρέπει να μετατρέπουν το μηλικό οξύ του γλεύκους ή του οίνου σε γαλακτικό οξύ και να μην προσδίδουν κακές γεύσεις.

Πρέπει να απομονώνονται από τα σταφύλια, το γλεύκος, τον οίνο ή τα προϊόντα που παράγονται από τα σταφύλια. Το όνομα του γένους και του είδους, καθώς και τα στοιχεία αναφοράς του στελέχους πρέπει να αναγράφονται στην ετικέτα, καθώς και η προέλευση και ο επιλογέας του στελέχους.

Οι γενετικές επεμβάσεις στα γαλακτικά βακτήρια πρέπει να έχουν αποτελέσει αντικείμενο προηγούμενης έγκρισης.

Μορφή

Χρησιμοποιούνται, είτε σε υγρά μορφή, είτε σε κατεψυγμένη, είτε σε μορφή σκόνης, που δημιουργείται από λυοφιλοποίηση, σε καθαρή ή συνδυασμένη καλλιέργεια.

Τα ακινητοποιημένα βακτήρια

Το υπόστρωμα παρασκευάσματος ακινητοποιημένων γαλακτικών βακτηρίων πρέπει να είναι αδρανές και να έχει γίνει αποδεκτή η χρησιμοποίησή του στην παρασκευή του οίνου.

Έλεγχοι**— Χημικός:**

Οι ίδιες απαιτήσεις που αφορούν τις ανιχνεύμενες ουσίες και στα άλλα οινολογικά παρασκευάσματα ιδιαίτερα όσον αφορά τα βαρέα μέταλλα.

— Μικροβιολογικός:

- η περιεκτικότητα σε αναβιώσιμα γαλακτικά βακτήρια μεγαλύτερη ή ίση με $10^8/g$ ή $10^7/ml$,
- η περιεκτικότητα σε γαλακτικά βακτήρια είδους διαφορετικού από το ή τα αναφερόμενα γένη πρέπει να είναι μικρότερη από 0,01 % των συνολικών αναβιώσιμων γαλακτικών βακτηρίων,
- η περιεκτικότητα σε αερόβια βακτήρια πρέπει να είναι χαμηλότερη από 10^3 ανά γραμμάριο σκόνης ή ανά ml,
- η ολική περιεκτικότητα σε ζυμομύκητες πρέπει να είναι χαμηλότερη από 10^3 ανά γραμμάριο σκόνης ή ml,
- η περιεκτικότητα σε ευρωτομύκητες πρέπει να είναι μικρότερη από 10^3 ανά γραμμάριο σκόνης ή ml.

Πρόσθετα

Τα πρόσθετα που παρεμβαίνουν στην παρασκευή της καλλιέργειας γαλακτικών βακτηρίων ή για την αναβίωσή τους πρέπει να είναι ουσίες που επιτρέπεται να χρησιμοποιηθούν στα προϊόντα διατροφής και πρέπει να αναγράφονται στην ετικέτα.

Ημερομηνία παραγωγής

Η ημερομηνία εξόδου από το εργοστάσιο παραγωγής πρέπει να αναγράφεται στην ετικέτα.

Χρήση

Ο τρόπος χρήσης ή η μέθοδος επανεργοποίησης πρέπει να ορίζονται από τον παρασκευαστή.

Συντήρηση

Οι συνθήκες αποθεματοποίησης πρέπει να αναγράφονται ευκρινώς στην ετικέτα.

Μέθοδοι ανάλυσης

- γαλακτικά βακτήρια: θρεπτικό υλικό Α⁽¹⁾, Β⁽²⁾, Γ⁽³⁾ με τη μέθοδο χρήσης του στελέχους που ορίζει ο παραγωγός,
- αερόβια βακτήρια: θρεπτικό υλικό Bacto-Agar,
- μαγιά μύρας: Malt-Wickerham medium,
- ευρωτομύκητες: θρεπτικό υλικό Malt-Wickerham ή Czapeck.

(¹) Εκχύλισμα ζυμομυκήτων	5	g
Εκχύλισμα κρέατος	10	g
Θρυπτική πεπτόνη	15	g
Οξικό Νάτριο	5	g
Κιτρικό αμμώνιο	2	g
Tween 80	1	ml
MnSO ₄	0,050	g
MgSO ₄	0,200	g
Γλυκόζη	20	g
Υδωρ q.s.p.	1 000	ml
pH	5,4	
(²) Χυμός τομάτας	250	ml
Εκχύλισμα ζυμομυκήτων Difco	5	g
Πεπτόνη	5	g
L-μηλικό οξύ	3	g
Tween 80	1 σταγόνα	
MgSO ₄	0,050	g
MnSO ₄	0,050	g
Υδωρ q.s.p.	1 000	ml
pH	4,8	
(³) Γλυκόζη	5	g
Τρυπτόνη Difco	2	g
Πεπτόνη Difco	5	g
Εκχύλισμα ήπατος	1	g
Tween 80	0,05	g
Χυμός τομάτας αραιωμένος 4,2 φορές διηθημένος με Whatman Nr. 1	1 000	ml
pH με H ₃ PO ₄ ή KOH	5,5	g
Γλυκόζη	20	g