

ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΣ (ΕΚ) αριθ. 822/97 ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ
της 6ης Μαΐου 1997

για τροποποίηση του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2676/90 περί καθορισμού των κοινοτικών μεθόδων ανάπτυξης που εφαρμόζονται στον οινικό τομέα

Η ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΤΩΝ ΕΥΡΩΠΑΪΚΩΝ ΚΟΙΝΟΤΗΤΩΝ,

Έχοντας υπόψη:

τη συνθήκη για την ίδρυση της Ευρωπαϊκής 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 (ΕΚ) αριθ. 536/97⁽²⁾, και ιδίως το άρθρο 74,

Εκτιμώντας:

ότι ο κανονισμός (ΕΟΚ) αριθ. 2676/90 της Επιτροπής⁽³⁾, όπως τροποποιήθηκε τελευταία από τον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 69/96⁽⁴⁾, περιγράφει τις μεθόδους αυτές ανάλυσης στο παράρτημά του· ότι μία μέθοδος ανάλυσης της ισοτοπικής σχέσης ¹⁸O/¹⁶O, του οξυγόνου του νερού που περιέχεται στο κρασί έχει αναπτυχθεί και επικυρωθεί σύμφωνα με τα διεθνώς αναγνωρισμένα κριτήρια· ότι η εφαρμογή της μεθόδου αυτής μπορεί να εξασφαλίσει αποτελεσματικότερο έλεγχο της αυθεντικότητας των οίνων και των άλλων οινικών προϊόντων· ότι η περιγραφή αυτής της νέας μεθόδου έχει εγκριθεί από το διεθνές γραφείο αμπέλου και οίνου· ότι

θα πρέπει, επομένως να ενσωματωθεί στον εν λόγω κανονισμό·

ότι τα μέτρα που προβλέπονται στον παρόντα κανονισμό είναι σύμφωνα με τη γνώμη της επιτροπής διαχείρισης οίνου,

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΟΝ ΠΑΡΟΝΤΑ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟ:

Άρθρο 1

Το παράρτημα του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2676/90 συμπληρώνεται από το κεφάλαιο 43 που περιλαμβάνεται στο παράρτημα.

Άρθρο 2

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

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

Βρυξέλλες, 6 Μαΐου 1997.

Για την Επιτροπή

Franz FISCHLER

Μέλος της Επιτροπής

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

⁽²⁾ ΕΕ αριθ. L 83 της 25. 3. 1997, σ. 5.

⁽³⁾ ΕΕ αριθ. L 272 της 3. 10. 1990, σ. 1.

⁽⁴⁾ ΕΕ αριθ. L 14 της 19. 1. 1996, σ. 13.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

43. ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΙΣΟΤΟΠΙΚΗΣ ΣΧΕΣΗΣ ¹⁸O/¹⁶O ΤΟΥ ΝΕΡΟΥ ΠΟΥ ΠΕΡΙΕΧΕΤΑΙ ΣΤΑ ΚΡΑΣΙΑ

I. ΠΕΡΙΓΡΑΦΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

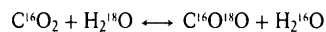
1. Αντικείμενο της μεθόδου

Στόχος της παρούσας μεθόδου είναι η μέτρηση της ισοτοπικής σχέσης ¹⁸O/¹⁶O νερού διαφόρων προελεύσεων. Η ισοτοπική σχέση ¹⁸O/¹⁶O μπορεί να εκφραστεί κατά παρέκκλιση δ ‰ σε σχέση με την αξία της ισοτοπικής σχέσης της διεθνούς αναφοράς V.SMOW:

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

2. Αρχή

Η ισοτοπική σχέση ¹⁸O/¹⁶O προσδιορίζεται με φασματοσκόπιο μάζας των ισοτοπικών σχέσεων (SMRI) με βάση ιονικά ρεύματα m/z 46 (¹²C¹⁶O¹⁸O) και m/z 44 (¹²C¹⁶O₂) τα οποία παράγονται από το διοξείδιο του άνθρακα το οποίο λαμβάνεται μετά από ανταλλαγή με το νερό του κρασιού σύμφωνα με την αντίδραση:



Για την ανάλυση χρησιμοποιείται το διοξείδιο του άνθρακα σε στάδιο εξαέρωσης.

3. Αντιδραστικές ουσίες:

- Διοξείδιο του άνθρακα για ανάλυση
- SMOW (Standard Mean Ocean Water)
- GISP (Greenland Ice Sheet Precipitation)
- SLAP (Standard Light Arctic Precipitation)
- Καθαρό νερό αναφοράς στο εργαστήριο το οποίο έχει υποστεί προσεκτική διαβάθμιση σε σχέση με τα δείγματα αναφοράς της Διεθνούς Εταιρείας Ατομικής Ενέργειας της Βιέννης (IAEA).

4. Εξοπλισμός εργαστηρίου

- Φασματοσκόπιο μάζας ισοτοπικών σχέσεων με εσωτερική επαναληπτικότητα 0,05 ‰.
- Τριπλός συλλέκτης για τη σύγχρονη καταγραφή των ιόντων m/z 44, 45 και 46 ή ελλείψει αυτών, διπλός συλλέκτης για τη μέτρηση των ιόντων m/z 44 και 46.
- Θερμοστατικό σύστημα (± 0,5 °C) για την υλοποίηση της ισορροπίας μεταξύ διοξειδίου του άνθρακα και του νερού του κρασιού.
- Κενή αντλία η οποία μπορεί να φθάσει εσωτερική πίεση 0,13 Pa.
- Φιάλες για δείγματα έχοντα όγκο 15 ml και συναφείς τριχοειδείς σωλήνες εσωτερικής διαμέτρου της τάξης των 0,015 mm.
- Μικρός σωλήνας Eppendorf με πλαστικό κώνο μιας χρήσεως.

5. Πειραματικοί προσδιορισμοί

5.1. Χειρωνακτική μέθοδος

Τρόπος λειτουργίας της μεθόδου εξισορρόπησης

Εισαγωγή του δείγματος

- Λαμβάνεται ο σωλήνας Eppendorf σταθερού όγκου 1,5 ml προσαρμόζεται σε αυτόν ένας κώνος και χύνεται το προς ανάλυση υγρό προκειμένου να εισαχθεί σε μία αερόσφαιρα. Στη συνέχεια, διατίθεται λίπος σιλικόνης γύρω από το λαιμό της αερόσφαιρας και προσαρμόζεται στην τελευταία αυτή η βαλβίδα αφού ελεγχθεί ότι έχει κλείσει καλά.
- Επαναλαμβάνεται η ενέργεια για κάθε αερόσφαιρα της κλιτύς εργασίας εισάγοντας το νερό αναφοράς του εργαστηρίου σε μια από τις αερόσφαιρες.

Αποβολή των αερίων της κλιτύς

Οι δύο κλιτύες ψύχονται με υγρό άζωτο και στη συνέχεια, καθαρίζεται όλο το σύστημα έως 0,1 mm Hg ανοίγοντας τις βαλβίδες.

Κλείνονται στη συνέχεια οι βαλβίδες και αφήνεται το σύνολο να ζεσταθεί. Ο κύκλος αποβολής των αερίων επαναλαμβάνεται έως ότου δεν υπάρχει πια διαφορά πίεσεως.

Εξισορρόπηση του νερού και του CO₂

Ψύχεται η κλιτύς εργασίας σε -70°C (μίγμα υγρού αζώτου και οιοπνεύματος) για να παγώσει το νερό και τίθεται το σύνολο σε κενό. Μετά τη σταθεροποίηση του συνόλου, απομονώνεται η κλιτύς μέσω της βαλβίδας και καθαρίζεται το σύστημα εισαγωγής του CO₂. Εισάγεται το αέριο CO₂ στην κλιτύς εργασίας και αφού απομονωθεί από το υπόλοιπο σύστημα, εισάγεται η κλιτύς στο θερμοστατικό δοχείο, το πλήρες θερμού ύδατος, σε θερμοκρασία 25°C ($\pm 0,5^{\circ}\text{C}$), για 12 ώρες (μία νύχτα). Για να βελτιωθεί περισσότερο ο απαραίτητος για την εξισορρόπηση χρόνος συνιστάται να προετοιμάζονται τα δείγματα στο τέλος της ημέρας και να αφήνονται να ισορροπήσουν στη διάρκεια της νύχτας.

Μεταφορά του CO₂ που ανταλλάσσεται στα κύτταρα μέτρησης

Ένας φορέας δειγμάτων ο οποίος φέρει επίσης και κύτταρα μέτρησης στα οποία περιέχονται οι αερόσφαιρες που ανταλλάσσονται CO₂, προσαρμόζεται στη γραμμή εν κενώ δίπλα στη κλιτύς εργασίας. Τα κενά κύτταρα καθαρίζονται προσεκτικά και τα ανταλλάσσόμενα αέρια τα οποία περιέχονται στις αερόσφαιρες μεταφέρονται διαδοχικά στα κύτταρα μέτρησης τα οποία έχουν ψυχρανθεί με υγρό άζωτο. Στη συνέχεια αφήνονται τα κύτταρα μέτρησης να ζεσταθούν σε θερμοκρασία δωματίου.

5.2. Χρησιμοποίηση αυτόματης συσκευής ανταλλαγής

Προκειμένου να επιτευχθεί η εξισορρόπηση, οι σωλήνες με τα δείγματα γεμίζονται είτε με 2 ml κρασιού είτε με 2 ml νερού (αναφορά εργασίας του εργαστηρίου) και ψύχονται σε -18°C . Οι φορείς των δειγμάτων που περιέχουν τα κατεψυγμένα προϊόντα προσαρμόζονται στο σύστημα εξισορρόπησης και αφού επιτευχθεί κενό εντός του συστήματος, εισάγεται το CO₂ υπό πίεση 800 hPa.

Η ισορροπία επιτυγχάνεται σε θερμοκρασία $22 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, μετά από ελάχιστη περίοδο πέντε ωρών και υπό μέτρια ανατάραξη. Εφόσον η διάρκεια εξισορρόπησης εξαρτάται από τη γεωμετρία του σωλήνα, η βέλτιστη διάρκεια πρέπει να προσδιορίζεται προηγουμένως για το χρησιμοποιηθέν σύστημα.

Το διοξείδιο του άνθρακα το οποίο περιέχεται στις φιάλες μεταφέρεται, στη συνέχεια στο θάλαμο εισαγωγής του φασματοσκοπίου μάζας μέσω ενός τριχοειδούς σωλήνα και η μέτρηση πραγματοποιείται σύμφωνα με ένα πρωτόκολλο κατάλληλο για κάθε τύπο συσκευής.

6. Υπολογισμός και έκφραση των αποτελεσμάτων

Η σχετική διαφορά δ' της σχέσης των εντάσεων των ιόντων m/z 46 και 44 (I_{46}/I_{44}) μεταξύ του δείγματος και της αναφοράς εκφράζεται σε χιλιοστά μέσω της ακόλουθης σχέσης:

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

Η περιεκτικότητα σε ¹⁸O του δείγματος σε σχέση με την αναφορά V.SMOW στην κλίμακα V.SMOW/SLAP δίδεται από τη σχέση:

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

Η αποδεκτή αξία για το νερό της SLAP είναι ίση προς $-55,5\%$ σε σχέση με την κλίμακα V.SMOW. Η ισοτοπική σχέση αναφοράς πρέπει να προσδιορίζεται μετά από κάθε σειρά δέκα μετρήσεων επί αγνώστων δειγμάτων.

7. Πιστότητα

- Η επαναληπτικότητα (r) είναι ίση προς 0,24 %.
- Η αναπαραγωγικότητα (R) είναι ίση προς 0,50 %.