

**REGLAMENTO (CE) N° 822/97 DE LA COMISIÓN**

de 6 de mayo de 1997

**por el que se modifica el Reglamento (CEE) n° 2676/90 por el que se determinan los métodos de análisis comunitarios aplicables en el sector del vino**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

Visto el Reglamento (CEE) n° 822/87 del Consejo, de 16 de marzo de 1987, por el que se establece la organización común del mercado vitivinícola (<sup>1</sup>), cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 536/97 (<sup>2</sup>), y, en particular, su artículo 74,Considerando que el Reglamento (CEE) n° 2676/90 de la Comisión (<sup>3</sup>), cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 69/96 (<sup>4</sup>), describe esos métodos de análisis en su Anexo; que se ha desarrollado y validado con arreglo a los criterios reconocidos internacionalmente un método de análisis de la relación isotópica <sup>18</sup>O/<sup>16</sup>O del oxígeno del agua del vino; que la aplicación de este método permite mejorar el control de la autenticidad del vino y de los demás productos vinícolas; que la descripción de este nuevo método ha sido aprobada por la Oficina internacional de la viña y el vino; que contiene por tanto incorporarlo en el citado Reglamento.

Considerando que las medidas previstas en el presente Reglamento se ajustan al dictamen del Comité de gestión del vino,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

*Artículo 1*

El Anexo del Reglamento (CEE) n° 2676/90 se completa con el capítulo 43 que figura en el Anexo del presente Reglamento.

*Artículo 2*El presente Reglamento entrará en vigor el séptimo día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas*.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 6 de mayo de 1997.

*Por la Comisión*

Franz FISCHLER

*Miembro de la Comisión*<sup>(1)</sup> DO n° L 84 de 27. 3. 1987, p. 1.<sup>(2)</sup> DO n° L 83 de 25. 3. 1997, p. 5.<sup>(3)</sup> DO n° L 272 de 3. 10. 1990, p. 1.<sup>(4)</sup> DO n° L 14 de 19. 1. 1996, p. 13.

## ANEXO

43. DETERMINACIÓN DE LA RELACIÓN ISOTÓPICA  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  DEL AGUA DEL VINO

## I. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO

1. **Objetivo del método**

El objetivo de este método es medir la relación isotópica  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  de aguas de diferentes orígenes. En relación isotópica  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  puede expresarse como desviación  $\delta$  ‰ con respecto al valor de la relación isotópica de la referencia internacional V.SMOW:

$$\delta_i [\text{‰}] = \left[ \frac{R_i}{R_{\text{SMOW}}} - 1 \right] \times 1\,000$$

2. **Principio**

La relación isotópica  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  se determina por espectrometría de masa de las relaciones isotópicas (EMRI) a partir de las corrientes iónicas  $m/z$  46 ( $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$ ) y  $m/z$  44 ( $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$ ) producidas por el dióxido de carbono obtenido tras la siguiente reacción con el agua del vino:



El dióxido de carbono de la fase gaseosa se utiliza para el análisis.

3. **Reactivos**

- Dióxido de carbono para análisis.
- SMOW (Standard Mean Ocean Water).
- GISP (Greenland Ice Sheet Precipitation).
- SLAP (Standard Light Arctic Precipitation).
- Agua de referencia del laboratorio calibrada cuidadosamente con relación a las muestras de referencia del Organismo Internacional de la Energía Atómica (IAEA) de Viena.

4. **Aparatos**

- Espectrómetro de masa de relaciones isotópicas con una repetibilidad interna de 0,05 ‰.
- Triple colector para el registro simultáneo de los iones  $m/z$  44, 45 y 46 o, cuando menos, doble colector para medir los iones  $m/z$  44 y 46.
- Sistema termostático ( $\pm 0,5$  °C) para conseguir el equilibrio entre el  $\text{CO}_2$  y el agua del vino.
- Bomba de vacío capaz de alcanzar una presión interna de 0,13 Pa.
- Matrices para las muestras de un volumen de 15 ml y un tubo capilar anejo de un diámetro interior aproximado de 0,015 mm.
- Pipeta Eppendorf con punta de plástico de un solo uso.

5. **Determinación experimental**5.1. *Método manual:***Método de equilibrado****Introducción de la muestra**

- Tomar la pipeta Eppendorf de volumen fijo de 1,5 ml, adaptarle una punta y pipetear con ella el líquido que se vaya a analizar para introducirlo en un matraz redondo. Poner grasa de silicona en el cuello del matraz y adaptar éste a la válvula asegurándose de que esté bien cerrada.
- Repetir la operación con cada matraz de la batería de trabajo introduciendo el agua de referencia del laboratorio en uno de los matraces.

**Desgasificación de la batería**

Se enfrían las dos baterías con nitrógeno líquido y se purga todo el sistema hasta 0,1 mm Hg abriendo las válvulas.

A continuación, se cierran las válvulas y se deja calentar el conjunto. Se repite el ciclo de desgasificación hasta que deje de haber variaciones de presión.

### Equilibrado del agua y del CO<sub>2</sub>

Se enfría la batería de trabajo a - 70 °C (mezcla de nitrógeno líquido y de alcohol) para congelar el agua y se coloca el conjunto al vacío. Una vez estabilizado el vacío, se aísla la batería mediante la válvula y se purga el sistema de introducción del CO<sub>2</sub>. Se introduce el CO<sub>2</sub> gaseoso en la batería de trabajo y, después de aislarla del resto del sistema, se introduce la batería en el baño termostático a 25 °C (± 0,5 °C), durante 12 horas (una noche). Para aprovechar el tiempo necesario para que se produzca el equilibrado, se aconseja preparar las muestras al final del día y dejar que el equilibrio se produzca durante la noche.

### Transferencia del CO<sub>2</sub> intercambiado en las células de medida

Al lado de la batería de trabajo, se adapta en la línea de vacío un portamuestras con tantas células de medida como matraces haya con CO<sub>2</sub> intercambiado. Se purgan cuidadosamente las células vacías y se transfieren sucesivamente los gases intercambiados de los matraces a las células de medida enfriadas con nitrógeno líquido. A continuación, se deja que las células de medida se calienten a temperatura ambiente.

#### 5.2. Utilización de aparatos de intercambio automático

Para obtener el equilibrado, se llenan los matraces de muestras con 2 ml de vino o con 2 ml de agua (referencia de trabajo del laboratorio) y se enfrían a - 18 °C. Se adaptan los portamuestras con los productos congelados al sistema de equilibrado y, tras hacer el vacío en el sistema, se introduce el dióxido de carbono a una presión de 800 hPa.

El equilibrio se alcanza a una temperatura de 22 ± 0,5 °C después de un período mínimo de 5 horas y una agitación moderada. Como la duración del equilibrado depende de la geometría del matraz, debe determinarse previamente la duración óptima del sistema utilizado.

A continuación, se transfiere el dióxido de carbono de los matraces a la cámara de introducción del espectrómetro de masa por un tubo capilar y se efectúa la medida con arreglo al protocolo específico del aparato.

#### 6. Cálculo y expresión de los resultados

La diferencia relativa (δ') de la relación de las intensidades de los iones m/z 46 y 44 (I<sub>46</sub>/I<sub>44</sub>) entre la muestra y la referencia se expresa en ‰ según la siguiente fórmula:

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

El contenido en <sup>18</sup>O de la muestra con relación a la referencia V.SMOW en la escala V.SMOW/SLAP viene dado por la fórmula:

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

El valor aceptado para el agua del SLAP es igual a - 55,5 ‰ del V.SMOW. En relación isotópica de la referencia debe determinarse después de cada serie de 10 medidas con muestras desconocidas.

#### 7. Fidelidad

- La repetibilidad (r) es del 0,24 ‰.
- La reproducibilidad (R) es del 0,50 ‰.