

**KOMISSION ASETUS (EY) N:o 822/97,**  
**annettu 6 päivänä toukokuuta 1997,**  
**yhteisön viinianalyysimenetelmistä annetun asetuksen (ETY) N:o 2676/90 muuttamisesta**

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon viinikaupan yhteisestä järjestämisestä 16 päivänä maaliskuuta 1987 annetun neuvoston asetuksen (ETY) N:o 822/87<sup>(1)</sup>, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (EY) N:o 536/97<sup>(2)</sup>, ja erityisesti sen 74 artiklan,

sekä katsoo, että

komission asetuksen (ETY) N:o 2676/90<sup>(3)</sup>, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (EY) N:o 69/96<sup>(4)</sup>, liitteessä kuvataan kyseiset analyysimenetelmät; veden 18- ja 16-happi-isotooppien suhteen (<sup>18</sup>O/<sup>16</sup>O) määrittämiseksi viinissä on kehitetty ja validoitu menetelmä kansainvälisesti tunnustettujen kriteerien mukaan; tämän menetelmän avulla voidaan viinien ja muiden viininviljelytuotteiden aitoutta valvoa paremmin; kansain-

välinen viinivirasto on hyväksynyt tämän uuden menetelmän kuvauksen; tämän vuoksi se olisi sisällytettävä kyseiseen asetukseen, ja

tässä asetuksessa säädetyt toimenpiteet ovat viljan hallintokomitean lausunnon mukaiset,

ON ANTANUT TÄMÄN ASETUKSEN:

*1 artikla*

Lisätään asetuksen (ETY) N:o 2676/90 liitteeseen tämän asetuksen liitteessä oleva 43 luku.

*2 artikla*

Tämä asetus tulee voimaan seitsemäntenä päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan yhteisöjen virallisessa lehdessä*.

Tämä asetus on kaikilta osiltaan velvoittava, ja sitä sovelletaan sellaisenaan kaikissa jäsenvaltioissa.

Tehty Brysselissä 6 päivänä toukokuuta 1997.

*Komission puolesta*

Franz FISCHLER

*Komission jäsen*

<sup>(1)</sup> EYVL N:o L 84, 27.3.1987, s. 1

<sup>(2)</sup> EYVL N:o L 83, 25.3.1997, s. 5

<sup>(3)</sup> EYVL N:o L 272, 3.10.1990, s. 1

<sup>(4)</sup> EYVL N:o L 14, 19.1.1996, s. 13

## LIITE

## 43. VEDEN 18- JA 16-HAPPI-ISOTOoppiEN SUHTEEN MÄÄRITTÄMINEN VIINISSÄ

## I. MENETELMÄN KUVAUS

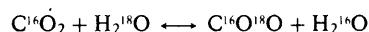
## 1. Menetelmän tarkoitus

Tällä menetelmällä määritetään eri alkuperää olevan veden 18- ja 16-happi-isotooppien suhde. Isotooppisuhte  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  voidaan ilmaista poikkeamana  $\delta$  ‰ suhteessa kansainvälisen vertailumateriaalin V.SMOW isotooppisuhteesta:

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

## 2. Periaate

Isotooppisuhte  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  määritetään isotooppisuhdemassaspektrometrialla (IRMS) ionivirroista m/z 46 ( $^{12}\text{C}^{18}\text{O}^{18}\text{O}$ ) ja m/z 44 ( $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$ ), jotka muodostuvat hiilidioksidista, kun viinissä olevan veden kanssa on tapahtunut vaihto reaktiossa



Määrittäykseen käytetään kaasufaasissa olevaa hiilidioksidia.

## 3. Reagenssit

- Hiilidioksidi, analysilaatu
- SMOW (Standard Mean Ocean Water)
- GISP (Greenland Ice Sheet Precipitation)
- SLAP (Standard Light Arctic Precipitation)
- Vertailuvedenä puhdas laboratoriovesi, joka on tarkasti kalibroitu Wienissä toimivan kansainvälisen atomienergiajärjestön (IAEA) vertailumateriaalien avulla

## 4. Laboratoriolaitteet

- isotooppisuhdemassaspektrometri, jonka sisäinen toistettavuus on 0,05 ‰.
- kolme kerääjää, jotta voidaan samanaikaisesti rekisteröidä ionit m/z 44, 45 ja 46 tai jollei tällaista ole, kaksi kerääjää, jotta voidaan määrittää ionit m/z 44 ja 46
- termostoitu laitteisto ( $\pm 0,5^\circ \text{C}$ ) hiilidioksidin ja viinissä olevan veden tasapainottamiseksi
- tyhjäpumppu, jolla voidaan saavuttaa 0,13 Pa:n sisäinen paine
- näyteampulleja, tilavuus 15 ml, joissa on kapillaariputki, jonka sisähalkaisija on noin 0,015 mm
- Eppendorf-pipetti, jossa on kertakäyttöinen muovikärki

## 5. Koemääritykset

## 5.1. Manuaalinen menetelmä

## Tasapainotusmenetelmä

## Näytteen aplikointi

- Otetaan 1,5 ml:n kiinteätilavuuksinen Eppendorf-pipetti, kiinnitetään siihen kärki ja pipetoidaan analysoitavaa nestettä pyörökolviin. Kolvin kaula ympärille levitetään silikonirasvaa ja kiinnitetään kolvi venttiiliin sekä tarkistetaan, että se on kunnolla suljettu.
- Toistetaan kaikkien kolvien osalta koko näytetelineessä ja yhteen kolviin pannaan vertailulaboratoriovetä.

## Kaasunpoisto telineestä

Molemmat näytetelineet jäädytetään nestemäisellä tyypellä, jonka jälkeen koko laitteisto huuhdetaan, kunnes saavutetaan 0,1 mmHg:n paine avaamalla venttiilit.

Tämän jälkeen venttiilit suljetaan ja annetaan lämmitä. Kaasunpoisto toistetaan, kunnes ei enää esiinny painevaihtelua.

### Veden ja hiilidioksidin tasapainotus

Näytetelineet jäädytetään  $-70^{\circ}\text{C}$ :seen (nestemäisen typen ja alkoholin seoksella) veden jäädyttämiseksi ja näytteet pannaan tyhjään. Kun tyhjä on vakiintunut, telineet eristetään venttiilillä, ja hiilidioksidin syöttöjärjestelmä huuhdotaan. Kaasumainen hiilidioksidi päästetään telineeseen, kun se on eristetty muusta laitteistosta, ja teline pannaan  $25^{\circ}\text{C}$ :n ( $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ ) termostoituuun hauteeseen 12 tunniksi (yön yli). Jotta tasapainotusaika on mahdollisimman oikea, näytteet kannattaa valmistaa iltapäivällä ja jättää tasapainottumaan yön yli.

### Vaihtuneen $\text{CO}_2$ :n siirtäminen mittauskyvetteihin

Näyteteline, jossa on yhtä monta mittauskyvetteä kuin vaihtunutta  $\text{CO}_2$ :ta sisältävää kolvia, kiinnitetään tyhjölinjaan työtelineen viereen. Tyhjät kyvetit huuhdotaan huolellisesti, ja kolveissa olevat vaihtuneet kaasunäytteet siirretään yksitellen nestemäisellä tyypellä jäädytettuihin mittauskyvetteihin. Mittauskyvetien annetaan lämmitä huoneenlämpötilaan.

### 5.2. Automaattisen näytteenvaihtajan käyttö

Tasapainottamista varten näyteampullit täytetään joko 2 ml:lla viiniä tai 2 ml:lla vettä (laboratoriovertailunäyte) ja jäädytetään  $-18^{\circ}\text{C}$ :seen. Näytetelineet, joissa jäädytetyt näytteet ovat, kiinnitetään tasapainotuslaitteistoon, ja sen jälkeen, kun laitteisto on kytketty tyhjään, siihen päästetään hiilidioksidi 800 hPa:n paineessa.

Tasapaino saavutetaan  $22 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ :n lämpötilassa vähintään 5 tunnin kuluttua ravistaen kohtalaisesti. Koska tasapainottumisaika riippuu ampullin muodosta, oikea aika käytettävälle laitteistolle on määritettävä etukäteen.

Ampulleissa oleva hiilidioksidi siirretään sitten massaspektrometrin syöttökammioon kapillaariputken kautta, ja määrittäminen suoritetaan kunkin laitetyypin ohjeiden mukaisesti.

### 6. Tulosten laskeminen ja ilmoittaminen

Ionien  $m/z$  46 ja 44 ( $I_{46}/I_{44}$ ) suhteellinen ero  $\delta'$  näytteen ja vertailumateriaalin välillä ilmaistaan ‰:na seuraavan yhtälön avulla:

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

Näytteen  $^{18}\text{O}$ -pitoisuus suhteessa vertailumateriaaliin V.SMOW asteikolla V.SMOW/SLAP saadaan suhteesta

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

SLAP-vedelle hyväksytty arvo on  $-55,5$  ‰ suhteessa V.SMOW:hen. Vertailumateriaalin isotooppisuhte on määritettävä aina 10 tuntemattoman näytteen mittauksen sarjan jälkeen.

### 7. Luotettavuus

- toistettavuuden ( $r$ ) on oltava  $0,24$  ‰
- uusittavuuden ( $R$ ) on oltava  $0,50$  ‰.