

RÈGLEMENT (CE) N° 822/97 DE LA COMMISSION**du 6 mai 1997****modifiant le règlement (CEE) n° 2676/90 déterminant des méthodes d'analyse communautaires applicables dans le secteur du vin**

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,
vu le traité instituant la Communauté européenne,

vu le règlement (CEE) n° 822/87 du Conseil, du 16 mars 1987, portant organisation commune du marché viti-vinicole⁽¹⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 536/97⁽²⁾, et notamment son article 74,

considérant que le règlement (CEE) n° 2676/90 de la Commission⁽³⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 69/96⁽⁴⁾, décrit ces méthodes d'analyse dans son annexe; qu'une méthode d'analyse du rapport isotopique ¹⁸O/¹⁶O de l'oxygène de l'eau du vin a été développée et validée selon les critères internationalement reconnus; que l'application de cette méthode peut assurer un meilleur contrôle de l'authenticité des vins et des autres produits vinicoles; que la description de cette nouvelle méthode a été adoptée par l'Office international de la vigne et du vin; qu'il convient, dès lors, de l'incorporer dans le règlement en question;

considérant que les mesures prévues au présent règlement sont conformes à l'avis du comité de gestion des vins,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT:

Article premier

L'annexe du règlement (CEE) n° 2676/90 est complétée par le chapitre 43 figurant en annexe.

Article 2

Le présent règlement entre en vigueur le septième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes*.

Le présent règlement est obligatoire dans tous ses éléments et directement applicable dans tout État membre.

Fait à Bruxelles, le 6 mai 1997.

Par la Commission

Franz FISCHLER

Membre de la Commission

⁽¹⁾ JO n° L 84 du 27. 3. 1987, p. 1.

⁽²⁾ JO n° L 83 du 25. 3. 1997, p. 5.

⁽³⁾ JO n° L 272 du 3. 10. 1990, p. 1.

⁽⁴⁾ JO n° L 14 du 19. 1. 1996, p. 13.

ANNEXE

43. DÉTERMINATION DU RAPPORT ISOTOPIQUE $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ DE L'EAU DES VINS

I. DESCRIPTION DE LA MÉTHODE

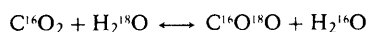
1. **Objet de la méthode**

La présente méthode a pour but de mesurer le rapport isotopique $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ d'eaux de différentes origines. Le rapport isotopique $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ peut s'exprimer en déviation δ ‰ par rapport à la valeur du rapport isotopique de la référence internationale V.SMOW:

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

2. **Principe**

Le rapport isotopique $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ est déterminé par spectrométrie de masse des rapports isotopiques (SMRI) à partir des courants ioniques m/z 46 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$) et m/z 44 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$) produits par le dioxyde de carbone obtenu après échange avec l'eau du vin selon la réaction:



Le dioxyde de carbone de la phase gazeuse est utilisé pour l'analyse.

3. **Réactifs**

- Dioxyde de carbone pour analyse
- SMOW (Standard Mean Ocean Water)
- GISP (Greenland Ice Sheet Precipitation)
- SLAP (Standard Light Arctic Precipitation)
- Eau de référence propre au laboratoire soigneusement étalonnée par rapport aux échantillons de référence de l'Agence internationale de l'énergie atomique à Vienne (AIEA).

4. **Équipement de laboratoire**

- Spectromètre de masse de rapports isotopiques avec une répétabilité interne de 0,05 ‰.
- Triple collecteur pour enregistrement simultané des ions m/z 44, 45 et 46 ou, à défaut, double collecteur pour la mesure des ions m/z 44 et 46.
- Système thermostaté ($\pm 0,5$ °C) pour réaliser l'équilibration entre le CO_2 et l'eau du vin.
- Pompe à vide pouvant atteindre une pression interne de 0,13 Pa.
- Fioles pour échantillon ayant un volume de 15 ml et un tube capillaire annexe d'un diamètre intérieur de l'ordre de 0,015 mm.
- Pipette Eppendorf avec cône en plastique jetable.

5. **Déterminations expérimentales**5.1. *Méthode manuelle*

Mode opératoire de la méthode d'équilibrage

Introduction de l'échantillon

- Prendre la pipette Eppendorf à volume fixe de 1,5 ml, adapter un cône et pipetter le liquide à analyser pour l'introduire dans un ballon. Ensuite, disposer de la graisse de silicones autour du col du ballon et adapter le ballon à la vanne en vérifiant que celle-ci est bien fermée.
- Répéter l'opération pour chaque ballon de la rampe de travail en introduisant l'eau de référence du laboratoire dans un des ballons.

Dégazage de la rampe

Les deux rampes sont refroidies à l'azote liquide, puis on purge tout le système jusqu'à 0,1 mm Hg en ouvrant les vannes.

On referme ensuite les vannes et on laisse l'ensemble se réchauffer. Le cycle de dégazage est répété jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de variation de pression.

Équilibrage de l'eau et du CO₂

On refroidit la rampe de travail à $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ (mélange d'azote liquide et d'alcool) pour geler l'eau et on met l'ensemble sous vide. Après stabilisation du vide, on isole la rampe au moyen de la vanne et on purge le système d'introduction du CO₂. On introduit le CO₂ gazeux dans la rampe de travail et, après l'avoir isolée du reste du système, on introduit la rampe dans le bain thermostaté à $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$) pendant 12 heures (une nuit). Pour optimiser le temps nécessaire à l'équilibration, il est conseillé de préparer les échantillons en fin de journée et de laisser l'équilibre s'établir pendant la nuit.

Transfert du CO₂ échangé dans les cellules de mesure

Un porte-échantillon supportant autant de cellules de mesure que de ballons contenant du CO₂ échangé est adapté sur la ligne à vide à côté de la rampe de travail. Les cellules vides sont soigneusement purgées et les gaz échangés contenus dans les ballons sont successivement transférés dans les cellules de mesures refroidies à l'azote liquide. On laisse ensuite les cellules de mesure se réchauffer à température ambiante.

5.2. Utilisation d'un appareillage d'échange automatique

Afin de réaliser l'équilibration, les fioles à échantillons sont remplies avec 2 ml de vin ou 2 ml d'eau (référence de travail du laboratoire) et refroidies à $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$. Les porte-échantillons contenant les produits gelés sont adaptés au système d'équilibration et, après avoir réalisé le vide dans le système, le CO₂ est introduit sous une pression de 800 hPa.

L'équilibre est atteint à une température de $22 \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ après une période minimale de cinq heures et sous agitation modérée. Puisque la durée d'équilibration dépend de la géométrie de la fiole, la durée optimale doit être déterminée au préalable pour le système utilisé.

Le CO₂ contenu dans les fioles est ensuite transféré dans la chambre d'introduction du spectromètre de masse par un tube capillaire et la mesure est effectuée selon un protocole propre à chaque type d'appareillage.

6. Calcul et expression des résultats

La différence relative δ' du rapport des intensités des ions m/z 46 et 44 (I_{46}/I_{44}) entre l'échantillon et la référence est exprimée en ‰ au moyen de la relation suivante:

$$\delta' \text{ échantillon} = \left[\frac{(I_{46}/I_{44}) \text{ échantillon}}{(I_{46}/I_{44}) \text{ référence}} - 1 \right] \times 1\,000$$

La teneur en ¹⁸O de l'échantillon par rapport à la référence V.SMOW sur l'échelle V.SMOW/SLAP est donnée par la relation:

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

La valeur acceptée pour l'eau du SLAP est égale à $-55,5\text{ }‰$ par rapport au V.SMOW. Le rapport isotopique de la référence doit être déterminé après chaque série de dix mesures sur des échantillons inconnus.

7. Fidélité

- La répétabilité (r) est égale à $0,24\text{ }‰$.
- La reproductibilité (R) est égale à $0,50\text{ }‰$.