

31997R0822

L 117/10

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA

1997.5.7.

**A BIZOTTSÁG 822/97/EK RENDELETE****(1997. május 6.)****a boranalízis közösségi módszereinek meghatározásáról szóló 2676/90/EGK rendelet módosításáról**

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel a legutóbb az 536/97/EK rendelettel <sup>(1)</sup> módosított, a borpiac közös szervezéséről szóló, 1987. március 16-i 822/87/EGK tanácsi rendeletre <sup>(2)</sup> és különösen annak 74. cikkére,mivel legutóbb a 69/96/EK rendelettel <sup>(3)</sup> módosított 2676/90/EGK tanácsi rendelet <sup>(4)</sup> melléklete tartalmazza az analitikai módszerek leírását; mivel kifejlesztettek egy módszert a bor vizében lévő oxigén <sup>18</sup>O/<sup>16</sup>O izotóparányának analizálására, és ennek érvényessége nemzetközileg elismert kritériumokon alapul; mivel ennek a módszernek az alkalmazása hatékonyabbá teheti a bor és egyéb bortermékek eredetiségének ellenőrzését; mivel a Nemzetközi Szőlészeti és Borászati Hivatal ennek az új módszernek a leírását elfogadta; mivel az említett rendeletet ezzel a módszerrel ki kell egészíteni;

mivel az ebben a rendeletben előírt intézkedések összhangban állnak a Borpiaci Irányítóbizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT A RENDELETET:

**1. cikk**

A 2676/90/EGK rendelet melléklete az e rendelet mellékletében szereplő 43. fejezettel egészül ki.

**2. cikk**Ez a rendelet az *Európai Közösségek Hivatalos Lapjában* való kihirdetését követő hetedik napon lép hatályba.

Ez a rendelet teljes egészében kötelező és közvetlenül alkalmazandó valamennyi tagállamban.

Kelt Brüsszelben, 1997. május 6-án.

*a Bizottság részéről*

Franz FISCHLER

*a Bizottság tagja*<sup>(1)</sup> HL L 83., 1997.3.25. 5. o.<sup>(2)</sup> HL L 84., 1987.3.27. 1. o.<sup>(3)</sup> HL L 14., 1996.1.19., 13. o.<sup>(4)</sup> HL L 272., 1990.10.3., 1. o.

## MELLÉKLET

A BORBAN LÉVŐ VÍZTARTALOM  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  ISZOTÓPARÁNYÁNAK MEGHATÁROZÁSA

## I. A MÓDSZER LEÍRÁSA

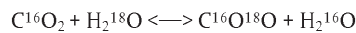
## 1. A módszer célja

Ezzel a módszerrel a különböző eredetű vizek  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  izotóparánya mérhető. Az  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  izotóparány, mint  $\delta$  ‰ szórás a nemzetközi V.SMOW referencia izotóparány értékéhez viszonyított arányban fejezhető ki:

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

## 2. Alapelv

A  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  izotóparány az izotóparányok tömegspektrometriájával (MSIR) határozható meg a szén-dioxid által létrehozott 46 m/z ( $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$ ) és 44 m/z ( $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$ ) ionáramokból, ahol a szén-dioxid a borban lévő vízzel történő cseréje során keletkezik az alább bemutatott reakció szerint:



A gáz-halmazállapotú szén-dioxidot használjuk az analízishez.

## 3. Reagensek

- szén-dioxid az analízishez,
- SMOW (Standard Mean Ocean Water),
- GISP (Greenland Ice Sheet Precipitation),
- SLAP (Standard Light Arctic Precipitation),
- a laboratóriumra specifikus referenciavíz, amely a bécsi Nemzetközi Atomenergia Ügynökség (NAÜ) referencia-mintájához viszonyítva gondosan standardizált.

## 4. Laboratóriumi eszközök

- izotóparány tömegspektrométer 0,05 ‰ belső ismételtetőséggel,
- hármas kollektor a 44, 45 és 46 m/z ionok egyidejű regisztrálására; ha nem áll rendelkezésre, egy kettős kollektor a 44 és 46 m/z ionok mérésére,
- termosztát vezérlésű rendszer ( $\pm 0,5$  °C) a  $\text{CO}_2$  és a borban lévő víz közötti egyensúly létrehozásához,
- vákuumszivattyú, amely képes 0,13 Pa belső nyomást elérni,
- 15 ml-es térfogatú fiolák a minták számára, kapilláris végződéssel, amelyek belső átmérője kb. 0,015 mm,
- Eppendorf cső eldobható műanyag kupakkal.

## 5. Kísérleti mérések

## 5.1. Manuális módszer

A kiegyenlítési módszer eljárása

A minta behelyezése

- 1,5 ml rögzített térfogatú Eppendorf csőre illesszünk egy pipettavéget, és jutassuk vele az analizálandó folyadékot a gömblobbikba. Ezután kenjük be szilikonzsírral a gömblobbik nyakát, és csatlakoztassuk a gömblobbikot a szelephez, ellenőrizve, hogy a zárás megfelelő-e.
- Ismételjük meg a műveletet a tálcán lévő valamennyi gömblobbikkal, miközben a laboratórium referenciavizét is az egyik gömblobbikba juttatjuk.

A tálca gáztalanítása

Mindkét tálcát folyékony nitrogénnel lehűtjük, majd az egész rendszert 0,1 Hg mm-ig kifúvatjuk a szelepek kinyitásával.

Ezután zárjuk el a szelepeket és engedjük az egészet felmelegedni. A gáztalanítási ciklust ismételjük a nyomásváltozás megszűntéig.

### A víz és a CO<sub>2</sub> kiegyenlítése

Hűtjük le a tálcákat – 70 °C hőmérsékletre (folyékony nitrogén és alkohol keveréke) azért, hogy a vizet kifagyaszszuk, és helyezzük az egészet vákuum alá. A vákuum stabilizálása után válasszuk le a tálcát a szelep működtetésével, és fúvassuk ki a CO<sub>2</sub> bejuttató rendszert. Jutassuk be a CO<sub>2</sub> gázt a tálcába, és miután leválasztottuk a rendszer többi részéről, helyezzük a tálcát 25 °C (± 0,5 °C) hőmérsékleten tartott fürdőbe 12 órán át (egy éjszaka). A kiegyenlítéshez szükséges idő optimalizálásához célszerű a mintákat a nap végén előkészíteni, és hagyni, hogy az egyensúly az éjszaka során alakuljon ki.

### A kicserélt CO<sub>2</sub> bejuttatása a mérőcellákba

Illesszünk egy olyan mintatartót a munkatálca melletti üres sorra, amely kicserélt CO<sub>2</sub>-t tartalmazó gömblombikok számának megfelelő számú mérőcellát tart. Az üres cellákat légtelenítsük gondosan, és a ballonokban lévő kicserélt gázokat egymás után juttassuk be a mérőcellákba, amelyeket folyékony nitrogénnel hűtöttünk le. Ezután engedjük a mérőcellákat szobahőmérsékletre felmelegedni.

#### 5.2. Automatikus cserélő alkalmazása

A kiegyenlítés végrehajtása céljából a mintafiólákat 2 ml borral vagy 2 ml vízzel (laboratóriumi munkareferencia) töltjük meg, és lehűtjük – 18°C-ra. A fagyasztott termékeket tartalmazó mintalemezeket hozzáillesztjük a kiegyenlítő rendszerhez, és miután vákuumot hozunk létre a rendszerben, szén-dioxidot juttatunk be 800 hPa nyomáson.

Az egyensúlyt 22 ± 0,5 °C hőmérsékleten érjük el legalább ötórás időtartamot követően, mérsékelt mozgattal. Mivel a kiegyenlítési időtartam függ a fiola geometriájától, mindenképp az optimális időtartamot kell meghatározni az alkalmazott rendszerhez.

A fiolákban lévő szén-dioxidot ezután hajszálcsővel bejuttatjuk a tömegspektrométer bevezető kamrájába, és a mérést az adott berendezésnek megfelelő specifikus előírások szerint végezzük.

#### 6. Számítás és az eredmények megadása

A 46 és 44 ( $I_{46}/I_{44}$ ) m/z ionarány-intenzitásoknak a minta és a referencia közötti  $\delta'$  relatív különbségét ‰-ben fejezzük ki az alábbi egyenlet segítségével:

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

A minta <sup>18</sup>O tartalmát összehasonlítva a V.SMOW referenciával a W.SMOW/SLAP skálán az alábbi összefüggés adja:

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

A SLAP által vízre elfogadott érték egyenlő – 55,5 ‰-kel, összehasonlítva a W.SMOW-vel. A referencia izotóparányát a vizsgálandó mintákon végzett minden tíz mérésből álló sorozat után meg kell határozni.

#### 7. Megbízhatóság

- ismételhetőség (r) egyenlő 0,24 ‰-kel
- reprodukálhatóság (R) egyenlő 0,50 ‰-kel.