

31997R0822

L 117/10

EUROPOS BENDRIJŲ OFICIALUSIS LEIDINYS

1997 5 7

**KOMISIJOS REGLAMENTAS (EB) Nr. 822/97****1997 m. gegužės 6 d.****iš dalies keičiantis Reglamentą (EEB) Nr. 2676/90, nustatantį Bendrijos vynu analizės metodus**

EUROPOS BENDRIJŲ KOMISIJA,

atsižvelgdama į Europos bendrijos steigimo sutartį,

atsižvelgdama į 1987 m. kovo 16 d. Tarybos reglamentą (EEB) Nr. 822/87 dėl bendro vyno rinkos organizavimo <sup>(1)</sup> su paskutiniais pakeitimais, padarytais Reglamentu (EB) Nr. 536/97 <sup>(2)</sup>, ypač į jo 74 straipsnį,kadangi Komisijos reglamento (EEB) Nr. 2676/90 <sup>(3)</sup> su paskutiniais pakeitimais, padarytais Reglamentu (EB) Nr. 69/96 <sup>(4)</sup>, priede pateiktas šių analizės metodų aprašymas; kadangi buvo sukurtas deguonies izotopinio santykio <sup>18</sup>O/<sup>16</sup>O vyno vandenyje analizės metodas ir remiantis tarptautiniu mastu pripažintas kriterijais patvirtintas jo galiojimas; kadangi šio metodo taikymas gali būti geresnis būdas vyno ir kitų vyno produktų autentiškumui patikrinti; kadangi šio naujo metodo aprašymą patvirtino Tarptautinė vynuogių auginimo ir vyno tarnyba; kadangi ši metodą reikėtų pridėti prie minėto reglamento;

kadangi šiame reglamente numatytos priemonės atitinka Vyno vadybos komiteto nuomonę,

PRIĖMĖ ŠĮ REGLAMENTĄ:

*1 straipsnis*

Prie Reglamento (EEB) Nr. 2676/90 priedo pridedamas šio reglamento priede pateiktas 43 skyrius.

*2 straipsnis*Šis reglamentas įsigalioja septintą dieną po jo paskelbimo *Europos Bendrijų oficialiajame leidinyje*.

Šis reglamentas yra privalomas visas ir tiesiogiai taikomas visose valstybėse narėse.

Priimta Briuselyje, 1997 m. gegužės 6 d.

*Komisijos vardu*

Franz FISCHLER

*Komisijos narys*<sup>(1)</sup> OL L 84, 1987 3 27, p. 1.<sup>(2)</sup> OL L 83, 1997 3 25, p. 5.<sup>(3)</sup> OL L 272, 1990 10 3, p. 1.<sup>(4)</sup> OL L 14, 1996 1 19, p. 13.

## PRIEDAS

43. VANDENS KIEKIO VYNE IZOTOPINIO SANTYKIO  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  NUSTATYMAS

## I. METODO APRAŠYMAS

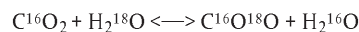
1. **Metodo tikslas**

Šio metodo tikslas – išmatuoti kitokios kilmės vandens izotopinį santykį  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ . Izotopinis santykis  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  gali būti išreikštas nukrypimu  $\delta\%$  santykyje nuo tarptautinės nuorodos V.SMOW izotopinio santykio reikšmės:

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

2. **Principas**

Izotopinis santykis  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  nustatomas pagal izotopinių santykių (MSIR) masės spektrometriją iš joninių srovių m/z 46 ( $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$ ) ir m/z 44 ( $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$ ), kurias pagamina anglies dioksidas, gautas po pasikeitimo su vandeniu vyne pagal reakciją:



Analizei naudojamas dujinės fazės anglies dioksidas.

3. **Reagentai**

- Anglies dioksidas analizei,
- SMOW (Standartinis vidutinis vandenyno vanduo),
- GISP (Grenlandijos ledyninės dangos nusėdimas),
- SLAP (Standartinis lengvas arktinis nusėdimas),
- Laboratorijai būdingas etaloninis vanduo, rūpestingai sunormintas pagal Tarptautinės atominės energetikos agentūros Vienoje (IATENA) etalonių bandinį.

4. **Laboratorijos įranga**

- izotopinių santykių masės spektrometras su 0,05 % vidiniu pakartojamumu,
- trigubas kolektorius lygiagrečiam jonų m/z 44, 45 ir 46 užrašymui arba, pagal numatymą, dvigubas kolektorius jonų m/z 44 ir 46 matavimui,
- termostatinė sistema ( $\pm 0,5$  °C) pusiausvyrai tarp  $\text{CO}_2$  ir vandens masei vyne pasiekti,
- vakuuminis siurblys, galintis pasiekti vidinį 0,13 Pa slėgį,
- 15 ml talpos stikliniai indeliai bandiniams ir kapiliarinis prijungimo vamzdelis, kurio vidinis diametras maždaug 0,015 mm,
- Eppendorf'o pipetė su plastikiniu išmetamu piltuvu.

5. **Eksperimentiniai apibrėžimai**5.1. *Rankinis metodas*

Subalansavimo metodo darbinis režimas

Bandinio pristatymas

- Imama fiksuotos 1,5 ml talpos Eppendorf'o pipetė, pritaikomas piltuvai ir analizei skirtas skystis perpilamas į rutulinę kolbą. Tada ant rutulinės kolbos kaklelio užtepamas silicio tepalas, o pati kolba prijungiama prie vožtuvo; reikia patikrinti, kad ji būtų sandariai uždaryta,
- Operacija pakartojama su kiekviena rutuline kolba ant darbinės plokštumos, o į vieną kolbą įpilamas laboratorijos etaloninis vanduo.

Plokštumos degazavimas

Dvi plokštumos atšaldomos skystu azotu, paskui visa sistema išvaloma iki 0,1 mm Hg atidarant vožtuvus.

Tada vožtuvai uždaromi ir leidžiama viskam užkaisti. Degazavimo ciklas kartojamas, kol baigiasi slėgio svyravimai.

### Vandens ir CO<sub>2</sub> subalansavimas

Darbinės plokštumos atšaldomos iki – 70 °C (skysto azoto ir alkoholio mišinys), kad užšaltų vanduo ir kad jį visą būtų galima sudėti į vakuumą. Stabilizavus vakuumą, izoliuojama plokštuma uždarančią vožtuvą ir išvaloma CO<sub>2</sub> įvedimo sistema. Į darbinę plokštumą įterpiamas dujinis CO<sub>2</sub> ir, plokštumą izoliavus nuo likusios sistemos dalies, ji įdedama į termostatinę vonią 25 °C (± 0,5 °C) 12 valandų (vienai nakčiai). Siekiant nustatyti tinkamiausią subalansavimo laiką, patartina bandinius paruošti dienos pabaigoje ir leisti pusiausvyrai nusistovėti per naktį.

### Mainu reakcijoje gauto CO<sub>2</sub> pernešimas

Prie darbinės plokštumos ant tuščios linijos pritvirtinamas bandinių laikiklis, ant kurio yra tiek matavimo kamerų, kiek rutulinių kolbų su pasikeitusiu CO<sub>2</sub>. Tuščios kameros rūpestingai išvalomos ir pasikeitusios dujos iš kolbų viena po kitos perkeliama į matavimo kameras, kurios buvo atšaldytos skystu azotu. Po to matavimo kameros atšildomos iki kambario temperatūros.

### 5.2. Automatinio pasikeitimo aparato naudojimas

Subalansavimui pasiekti į bandinių indelius pripilama arba 2 ml vyno, arba 2 ml vandens (laboratorijos darbo etalonas) ir atvėsinama iki – 18 °C. Bandinių stikleliai su užšaldytu produktu įdedami į pusiausvirinimo sistemą, joje sudaromas vakuumas, ir tada įvedamas anglies dioksidas 800 hPa slėgyje.

Pusiausvyra pasiekama 22 ± 0,5 °C po ne mažiau kaip penkių valandų vidutiniškai kratant. Kadangi pusiausvirinimo trukmė priklauso nuo indelio geometrijos, pirmiausia reikia nustatyti optimalią trukmę naudojamai sistemai.

Tuomet anglies dioksidas iš indelių perkeliama į masės spektrometro įvedimo kamerą per kapiliarinį vamzdelį, ir atliekamas matavimas pagal konkretų protokolą kiekvienam įrangos tipui.

### 6. Apskaičiavimas ir rezultatų išraiška

Jonų m/z 46 ir 44 (I<sub>46</sub>/I<sub>44</sub>) santykio intensyvumas tarp bandinio ir etalono reliatyvus skirtumas δ išreiškiamas % pagal tokią lygtį:

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

Bandinio <sup>18</sup>O kiekis palyginus su etalonu V.SMOW pagal V.SMOW/SLAP skalę išreiškiamas santykiu:

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

SLAP priimama reikšmė prilygsta – 55,5 ‰ palyginus su V.SMOW. Izotopinis etalono santykis turi būti nustatytas po kiekvienos 10 nežinomų bandinių matavimų serijos.

### 7. Tikslumas

- pakartojamumas (r) lygus 0,24 ‰,
- atkuriamumas (R) lygus 0,50 ‰.