

VERORDENING (EG) Nr. 822/97 VAN DE COMMISSIE
van 6 mei 1997

houdende wijziging van Verordening (EEG) nr. 2676/90 tot vaststelling van de in
de wijnsector toe te passen communautaire analysemethoden

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE
GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese
Gemeenschap,

Gelet op Verordening (EEG) nr. 822/87 van de Raad van
16 maart 1987 houdende een gemeenschappelijke orde-
ning van de wijnmarkt ⁽¹⁾, laatstelijk gewijzigd bij Verorde-
ning (EG) nr. 536/97 ⁽²⁾, en met name op artikel 74,

Overwegende dat in Verordening (EEG) nr. 2676/90 van
de Commissie ⁽³⁾, laatstelijk gewijzigd bij Verordening
(EG) nr. 69/96 ⁽⁴⁾, in de bijlage deze analysemethoden zijn
gedefinieerd; dat een analysemethode is ontwikkeld voor
het bepalen van de isotoopverhouding ¹⁸O/¹⁶O van de
zuurstof in het in wijn aanwezige water en dat deze
methode volgens internationaal aanvaarde criteria is
bekrachtigd; dat door toepassing van deze methode de
echtheid van wijn en andere wijnbouwproducten beter
kan worden gecontroleerd; dat de definitie van deze
nieuwe methode door het office international de la vigne

et du vin is goedgekeurd en derhalve in voornoemde
verordening moet worden opgenomen;

Overwegende dat de in deze verordening vervatte maatre-
gelen in overeenstemming zijn met het advies van het
Comité van beheer voor wijn,

HEEFT DE VOLGENDE VERORDENING VASTGESTELD:

Artikel 1

De bijlage bij Verordening (EEG) nr. 2676/90 wordt
aangevuld met nr. 43, dat als bijlage aan deze verordening
is gehecht.

Artikel 2

Deze verordening treedt in werking op de zevende dag
volgende op die van haar bekendmaking in het *Publika-
tieblad van de Europese Gemeenschappen*.

Deze verordening is verbindend in al haar onderdelen en is rechtstreeks toepasselijk in
elke lidstaat.

Gedaan te Brussel, 6 mei 1997.

Voor de Commissie

Franz FISCHLER

Lid van de Commissie

⁽¹⁾ PB nr. L 84 van 27. 3. 1987, blz. 1.

⁽²⁾ PB nr. L 83 van 25. 3. 1997, blz. 5.

⁽³⁾ PB nr. L 272 van 3. 10. 1990, blz. 1.

⁽⁴⁾ PB nr. L 14 van 19. 1. 1996, blz. 13.

BIJLAGE

43. BEPALING VAN DE ISOTOOPVERHOUDING $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ VAN WATER IN WIJN

I. BESCHRIJVING VAN DE METHODE

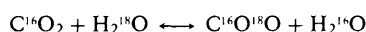
1. Doel van de methode

Doel van deze methode is het meten van de isotoopverhouding $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ van water van verschillende oorsprong. De isotoopverhouding $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ kan worden weergegeven in de afwijking δ ‰ ten opzichte van de waarde van de isotoopverhouding van de internationale referentiestof V.S.M.O.W.:

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

2. Principe

De isotoopverhouding $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ wordt bepaald door massaspectrometrie van de isotoopverhoudingen (MSIV) van de ionenstromen m/z 46 ($^{12}\text{C}^{18}\text{O}^{18}\text{O}$) en m/z 44 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$) die afkomstig zijn van het kooldioxide dat is verkregen na uitwisseling met het water van de wijn volgens de reactie:



Voor de analyse wordt gebruik gemaakt van het kooldioxide in de gasvormige fase.

3. Reagentia

- Kooldioxide voor analysedoeleinden
- SMOW (Standard Mean Ocean Water)
- GISP (Greenland Ice Sheet Precipitation)
- SLAP (Standard Light Arctic Precipitation)
- Referentiewater van het laboratorium dat zorgvuldig is geijkt ten opzichte van de referentiemonsters van het Internationaal Atoomenergieagentschap (IAEA) te Wenen.

4. Laboratoriumuitrusting

- Isotoopverhoudingmassaspectrometer met een interne herhalingsnauwkeurigheid van 0,05 ‰.
- Driedubbele verzamelaar voor gelijktijdige registratie van de ionen m/z 44, 45 en 46 of, wanneer niet voorhanden, een dubbele voor de meting van de ionen m/z 44 en 46.
- Thermostaatbad ($\pm 0,5$ °C) voor de totstandbrenging van het evenwicht tussen CO_2 en het water van de wijn.
- Vacuümpomp die een inwendige druk van 0,13 Pa kan bereiken.
- Monsterkolven met een inhoud van 15 ml en een bijbehorende capillaire buis met een inwendige diameter van 0,015 mm.
- Eppendorf-pipet met kegelvormig wegwerppuntje van kunststof.

5. Proefondervindelijke bepalingen

5.1. Handmatig

Werkwijze van de equilibreermethode

Het inbrengen van het monster

- Neem de Eppendorf-pipet met een vaste inhoud van 1,5 ml, breng het kegelvormige puntje aan en breng de te onderzoeken vloeistof met de pipet over in een kolf. Breng vervolgens siliconenvet aan rond de hals van deze kolf en bevestig de kolf aan het kraanstuk, waaraan de kraan goed gesloten moet zijn.
- Herhaal deze handelingen voor elke kolf van de werkopstelling en breng in een van de kolven het referentiewater van het laboratorium.

Ontgassing van de werkopstelling

De twee opstellingen worden gekoeld met vloeibare stikstof, waarna het gehele systeem tot 0,1 mm Hg wordt ontgast door de kranen te openen.

Vervolgens worden die kranen weer gesloten, waarna men het geheel laat opwarmen. De ontgasingscyclus wordt herhaald totdat er geen verschil in drukwaarden meer is.

Equilibrering van water en CO₂

De werkopstelling wordt gekoeld tot $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ (mengsel van vloeibare stikstof en alcohol) om het water te doen bevriezen, waarna het geheel luchtledig wordt gemaakt. Na stabilisatie van het vacuüm wordt de opstelling geïsoleerd met behulp van de kraan; vervolgens wordt de leiding voor het inbrengen van het CO₂ doorgeblazen. Het CO₂ wordt in de leiding gebracht, waarna die van de rest van het systeem wordt geïsoleerd en gedurende twaalf uur (één avond en nacht) in een bad wordt geplaatst dat op een constante temperatuur van $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$) wordt gehouden. Om de voor de equilibrering benodigde tijd zo kort mogelijk te houden, verdient het aanbeveling de monsters aan het eind van de middag te bereiden en het evenwicht tijdens de avond en nacht tot stand te laten komen.

Het overbrengen van het uitgewisselde CO₂ in de meetcellen

Op de vacuümlijn naast de werkopstelling wordt een monsterhouder geplaatst met evenveel meetcellen als kolven met uitgewisseld CO₂. De lege cellen worden zorgvuldig doorgeblazen; de uitgewisselde gassen in de kolven worden achtereenvolgens overgebracht in de met vloeibare stikstof afgekoelde meetcellen. Vervolgens laat men de meetcellen opwarmen bij omgevingstemperatuur.

5.2. Met een automatische uitwisselaar

Om het evenwicht tot stand te brengen, worden de monsterkolven gevuld met 2 ml wijn of 2 ml water (werkreferentie van het laboratorium) en gekoeld tot $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$. De monsterhouders met de bevroren producten worden met het equilibreersysteem verbonden; nadat het systeem luchtledig is gemaakt, wordt het kooldioxide ingebracht onder een druk van 800 hPa.

Het evenwicht wordt bereikt bij een temperatuur van $22 \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ na een periode van ten minste 5 uur onder licht schudden. Omdat de duur van de equilibrering afhangt van de kolven, moet de optimale duur vooraf worden bepaald voor het toegepaste systeem.

Het kooldioxide in de kolven wordt vervolgens via een capillaire buis overgebracht in de kamer van de massaspectrometer, waarna de meting wordt verricht volgens een protocol dat afhankelijk is van het type apparaat.

6. Wijze van berekening en weergave van de resultaten

Het relatieve verschil δ' tussen het monster en de referentiestof voor wat betreft de verhouding van de intensiteit van de ionen m/z 46 en 44 (I_{46}/I_{44}) wordt weergegeven in ‰ aan de hand van de volgende relatie:

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

Het gehalte van ¹⁸O van het monster ten opzichte van de referentiestof V.SMOW op de schaal V.SMOW-SLAP wordt berekend aan de hand van de relatie:

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

De voor het SLAP-water geaccepteerde waarde is gelijk aan $-55,5\text{ }‰$ ten opzichte van V.SMOW. De isotoopverhouding van de referentiestof moet worden bepaald na elke reeks van tien metingen aan onbekende monsters.

7. Betrouwbaarheid

- de herhalingsnauwkeurigheid (r) is gelijk aan $0,24\text{ }‰$,
- de reproduceerbaarheid (R) is gelijk aan $0,50\text{ }‰$.