

31997R0822

L 117/10

DZIENNIK URZĘDOWY WSPÓLNOT EUROPEJSKICH

7.5.1997

ROZPORZĄDZENIE KOMISJI (WE) NR 822/97**z dnia 6 maja 1997 r.****zmieniające rozporządzenie (EWG) nr 2676/90 określające wspólnotowe metody analizy wina**

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Wspólnotę Europejską,

uwzględniając rozporządzenie Rady (EWG) nr 822/87 z dnia 16 marca 1987 r. w sprawie wspólnej organizacji rynku wina ⁽¹⁾, ostatnio zmienione rozporządzeniem (WE) nr 536/97 ⁽²⁾, w szczególności jego art. 74,

a także mając na uwadze, co następuje:

Załącznik do rozporządzenia Komisji (EWG) nr 2676/90 ⁽³⁾, ostatnio zmienionego rozporządzeniem (WE) nr 69/96 ⁽⁴⁾, zawiera opis tych metod analizy; metoda analizy stosunku izotopowego O^{18}/O^{16} tlenu w wodzie znajdującej się w winie została rozwinięta, a jej ważność została ustanowiona zgodnie z międzynarodowo uznanymi kryteriami; stosowanie tej metody może stanowić lepszy sposób na sprawdzenie autentyczności wina oraz innych produktów winnych; opis tej nowej metody został przyjęty przez Międzynarodowy Urząd Wino-rośli i Wina; metoda ta powinna zostać dodana do wspomnianego rozporządzenia;

środki przewidziane w niniejszym rozporządzeniu są zgodne z opinią Komitetu Zarządzającego ds. Wina,

PRZYJMUJE NINIEJSZE ROZPORZĄDZENIE:

Artykuł 1

Rozdział 43, przedstawiony w Załączniku do niniejszego rozporządzenia, dodaje się do Załącznika do rozporządzenia (EWG) nr 2676/90.

*Artykuł 2*Niniejsze rozporządzenie wchodzi w życie siódmego dnia po jego opublikowaniu w *Dzienniku Urzędowym Wspólnot Europejskich*.

Niniejsze rozporządzenie wiąże w całości i jest bezpośrednio stosowane we wszystkich Państwach Członkowskich.

Sporządzono w Brukseli, dnia 6 maja 1997 r.

W imieniu Komisji

Franz FISCHLER

Członek Komisji

⁽¹⁾ Dz.U. L 84 z 27.3.1987, str. 1.⁽²⁾ Dz.U. L 83 z 25.3.1997, str. 5.⁽³⁾ Dz.U. L 272 z 3.10.1990, str. 1.⁽⁴⁾ Dz.U. L 14 z 19.1.1996, str. 13.

ZAŁĄCZNIK

43. OZNACZANIE STOSUNKU IZOTOPOWEGO $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ ZAWARTOŚCI WODY W WINACH

I. OPIS METODY

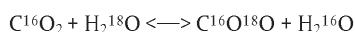
1. Cel metody

Celem tej metody jest pomiar stosunku izotopowego $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ wód różnego pochodzenia. Stosunek izotopowy $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ może być wyrażony w odchyleniu δ ‰ w stosunku do wartości stosunku izotopowego międzynarodowego odniesienia V.SMOW:

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

2. Zasada

Stosunek izotopowy $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ jest ustalany za pomocą spektrometrii mas stosunków izotopowych (MSIR) z prądów jonowych o wartościach m/z 46 ($^{12}\text{C} \ ^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$) i m/z 44 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$) wytworzonych przez dwutlenek węgla, uzyskany po wymianie z wodą w winie zgodnie z następującą reakcją:



Dwutlenek węgla w fazie gazowej jest wykorzystywany do analizy.

3. Odczynniki

- dwutlenek węgla do analizy,
- SMOW (Standard Mean Ocean Water),
- GISP (Greenland Ice Sheet Precipitation),
- SLAP (Standard Light Arctic Precipitation),
- woda wzorcowa, właściwa dla laboratorium, dokładnie znormalizowana w stosunku do próbki odniesienia Międzynarodowej Agencji Energii Atomowej w Wiedniu (IAEA).

4. Wyposażenie laboratoryjne

- spektrometr masowy do oznaczania stosunków izotopowych z wewnętrzną powtarzalnością 0,05 ‰,
- potrójny kolektor do jednoczesnego rejestrowania jonów o stosunku m/z 44, 45 i 46 lub, standardowo, podwójny kolektor do pomiaru jonów o stosunku m/z 44 i 46,
- układ termostatyczny ($\pm 0,5$ °C) do wykonywania równoważenia między CO_2 i zawartością wody w winie,
- pompa próżniowa mogąca osiągnąć wewnętrzne ciśnienie 0,13 Pa,
- fiołki na próbki o pojemności 15 ml i dodatkowa rurka kapilarna o średnicy wewnętrznej około 0,015 mm,
- pipeta Eppendorfa z plastikową nasadką stożkową jednorazowego użytku.

5. Oznaczanie eksperymentalne

5.1. Metoda ręczna

Sposób postępowania przy metodzie równoważenia

Wprowadzenie próbki

- Należy wziąć pipetę Eppendorfa o ustalonej pojemności 1,5 ml, nałożyć stożek i pompować ciecz, która ma być poddana analizie, tak by znalazła się w szklanym balonie kolby. Następnie za pomocą smaru silikonowego uszczelnić szyjkę kolby balonu i przyłączyć ją do zaworu, sprawdzając jednocześnie, czy jest ona szczelnie zamknięta,
- Powtórzyć czynność dla każdej kolby balonu znajdującej się na rampie roboczej podczas wprowadzania laboratoryjnej wody wzorcowej do jednego ze szklanych balonów.

Odgazowywanie rampy

Obie rampy schładza się ciekłym azotem, a następnie cały układ jest oczyszczany do 0,1 mm Hg poprzez otwarcie zaworów.

Następnie zawory są zamykane i całość podgrzewana. Cykl odgazowywania powtarzany jest dotąd, dopóki nie będzie już zmian ciśnienia.

Równoważenie wody i CO₂

Należy ochłodzić rampy robocze do -70 °C (mieszanka ciekłego azotu i alkoholu), aby zamrozić wodę i umieścić ją całą w próżni. Po stabilizacji próżni wyizolować rampę poprzez uczynnienie zaworów i oczyszczenie układu wprowadzania CO₂. Wprowadzić CO₂ w stanie gazowym do rampy roboczej po wyizolowaniu jej uprzednio z reszty układu, umieścić rampę w kąpeli termostatycznej o temperaturze 25 °C (± 0,5 °C) na 12 godzin (jedna noc). W celu zoptymalizowania czasu potrzebnego na przeprowadzenie równoważenia wskazane jest przygotowanie próbek pod koniec dnia, żeby pozwolić w ten sposób na ustalenie się równowagi przez noc.

Przenoszenie CO₂ wymienionego w ogniwach pomiarowych

Uchwyt z próbkami przytrzymujący tyle ogniw pomiarowych, ile szklanych kolb balonów zawierających wymieniony CO₂, mocowany jest na pustej linii obok rampy roboczej. Puste ogniwa są dokładnie oczyszczone, wymienione gazy zawarte w szklanych balonach przeniesione jeden po drugim do ogniw pomiarowych, które zostały schłodzone ciekłym azotem. Następnie ogniwa pomiarowe ogrzewa się w temperaturze pokojowej.

5.2. Zastosowanie aparatury automatycznej wymiany

Aby przeprowadzić równoważenie, fiołki na próbki wypełnia się albo 2 ml wina, albo 2 ml wody (wzorcowa woda w warunkach laboratoryjnych) i ochładza się je do temperatury -18 °C. Prowadnice z próbkami zawierającymi zamrożone produkty przyłączane są do układu równoważenia i, po wytworzeniu w układzie próżni, wprowadzany jest dwutlenek węgla pod ciśnieniem 800 hPa.

Równowagę osiąga się w temperaturze 22 ± 0,5 °C po minimalnym czasie pięciu godzin i umiarkowanym wstrząsaniu. Ponieważ czas trwania równoważenia zależy od geometrii fiołki, optymalny czas trwania powinno się ustalić najpierw dla wykorzystywanego układu.

Dwutlenek węgla zawarty we fiołkach jest następnie przenoszony do komory wprowadzającej spektrometru masowego poprzez rurkę kapilarną i pomiar jest dokonywany zgodnie z określonym protokołem dla każdego rodzaju sprzętu.

6. Obliczanie i wyrażanie wyników

Względna różnica δ' stosunku natężenia jonów o wartości m/z 46 i 44 (I_{46}/I_{44}) między próbką i odniesieniem jest wyrażona w ‰ poprzez następujące równanie:

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

Zawartość tlenu ¹⁸O w próbce w porównaniu z odniesieniem V.SMOW na skali V.SMOW/SLAP podaje następująca relacja:

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

Wartość przyjęta dla SLAP jest równa - 55,5 ‰ w porównaniu z V.SMOW. Stosunek izotopowego odniesienia ustala się po każdej serii 10 pomiarów na nieznanymi próbkach.

7. Wierność

— powtarzalność (r) jest równa 0,24 ‰

— odtwarzalność (R) jest równa 0,50 ‰.