

31997R0822

L 117/10

ÚRADNÝ VESTNÍK EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV

7.5.1997

NARIADENIE KOMISIE (ES) č. 822/97**zo 6. mája 1997,****ktorým sa mení a dopĺňa nariadenie (EHS) č. 2676/90 stanovujúce analytické metódy spoločenstva pre sektor vína**

KOMISIA EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho spoločenstva,

so zreteľom na nariadenie Rady (EHS) č. 822/87 zo 16. marca 1987 o spoločnej organizácii trhu s vínom ⁽¹⁾, naposledy zmenené a doplnené nariadením (ES) č. 536/97 ⁽²⁾, najmä na jeho článok 74,keďže príloha nariadenia Komisie (EHS) č. 2676/90 ⁽³⁾, naposledy zmeneného a doplneného nariadením (ES) č. 69/96 ⁽⁴⁾, obsahuje opis týchto analytických metód; keďže v súlade s medzinárodne uznávanými kritériami bola vyvinutá a schválená analytická metóda pomeru izotopov kyslíka ¹⁸O/¹⁶O vo vode obsiahnutej vo víne; keďže uplatňovanie tejto metódy môže vylepšiť spôsob kontroly autentickosti vína a iných vinárskych výrobkov; keďže popis tejto novej metódy prijal Medzinárodný úrad pre vinič a víno; keďže táto metóda by mala byť priložená k spomínanému nariadeniu;

keďže opatrenia ustanovené týmto nariadením sú v súlade so stanoviskom Riadiaceho výboru pre víno,

PRIJALA TOTO NARIADENIE:

Článok 1

Kapitola 43, uvedená v prílohe k tomuto nariadeniu, sa pridáva k prílohe nariadenia (EHS) č. 2676/90.

Článok 2Toto nariadenie nadobúda účinnosť siedmy deň od jeho uverejnenia v *Úradnom vestníku Európskych spoločenstiev*.

Toto nariadenie je záväzné vo svojej celistvosti a je priamo uplatniteľné vo všetkých členských štátoch.

V Bruseli 6. mája 1997

Za Komisiu

Franz FISCHLER

člen Komisie

⁽¹⁾ Ú. v. ES L 84, 27.3.1987, s. 1.⁽²⁾ Ú. v. ES L 83, 25.3.1997, s. 5.⁽³⁾ Ú. v. ES L 272, 3.10.1990, s. 1.⁽⁴⁾ Ú. v. ES L 14, 19.1.1996, s. 13.

PRÍLOHA

43. STANOVENIE POMERU IZOTOPOV $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ OBSAHU VODY VO VÍNE

I. OPIS METÓDY

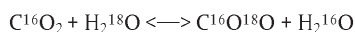
1. Cieľ metódy

Cieľom tejto metódy je zmerať pomer izotopov $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ vo vodách rôzneho pôvodu. Pomer izotopov $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ možno vyjadriť pomerom odchýlky δ ‰ k hodnote pomeru izotopov podľa medzinárodného štandardu V.SMOW (Vienna Standard Mean Ocean Water):

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

2. Princíp

Pomer izotopov $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ sa určuje hmotnostnou spektrometriou pomerov izotopov (HSPI) z iónových prúdov s m/z 46 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$) a m/z 44 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$), získaných z oxidu uhličitého, ktorý sa uvoľňuje pri výmene s vodou obsiahnutou vo víne podľa reakcie:



Na analýzu sa používa oxid uhličitý v plynnej fáze.

3. Činidlá

- Oxid uhličitý na rozbor,
- SMOW (Standard Mean Ocean Water),
- GISP (Greenland Ice Sheet Precipitation),
- SLAP (Standard Light Arctic Precipitation),
- Referenčná voda určitého laboratória dôsledne štandardizovaná vo vzťahu k referenčnej vzorke Medzinárodnej agentúry pre atómovú energiu vo Viedni (IAEA).

4. Laboratórne vybavenie

- hmotnostný spektrometer izotopických pomerov s vnútornou opakovateľnosťou 0,05 ‰,
- predvolený trojitý kolektor na simultánne záznamy iónov s m/z 44, 45 a 46 alebo dvojitý kolektor na meranie iónov s m/z 44 a 46,
- termostatický systém ($\pm 0,5$ °C) na vytváranie rovnováhy medzi CO_2 a vodou obsiahnutou vo víne,
- vákuové čerpadlo s vnútorným tlakom do 0,13 Pa,
- ampulky na vzorky s objemom 15 ml a prípojná kapilárna skúmavka s vnútorným priemerom cca. 0,015 mm,
- pipeta Eppendorf s plastickým jednorazovým kužeľovým nastavcom.

5. Pokusné stanovenia

5.1. Manuálna metóda

Prevádzkový režim metódy vyvažovania

Zavedenie vzorky

- Vezmite pipetu Eppendorf s pevným objemom 1,5 ml, pripevnite na ňu kužeľový nastavec a načerpajte tekutinu určenú na analýzu, aby ste ju mohli vliať do okrúhlej banky. Potom hrdlo banky potrite silikónovým mazom a banku pripevnite k ventilu tak, aby bola pevne zatvorená.
- Opakujte to isté s každou bankou na pracovnej rampe a do jednej z nich vlejte referenčnú vodu laboratória.

Odplynenie rampy

Obidve rampy schlaďte tekutým dusíkom, potom otvorením ventilov prečistíte celý systém až do 0,1 mm Hg.

Potom zatvorte ventily a celok nechajte nahriať. Cyklus odplynienia sa opakuje dovtedy, kým sa neprestane meniť tlak.

Vyvažovanie vody a CO₂

Ochlaďte pracovné rampy na – 70 °C (tekutý dusík a zmes alkoholu), aby voda zamrzla a všetko zostalo vo vákuu. Po ustálení vákuu izolujte rampu odistením ventilu a prečistite zavádzací systém CO₂. Zavedte plyný CO₂ do pracovnej rampy a potom, ako ju izolujete od zvyšku systému, umiestnite rampu do termostatického kúpeľa s teplotou 25 °C (± 0,5 °C) na 12 hodín (jednu noc). Ak chcete optimalizovať čas nevyhnutný na vyváženie, odporúča sa pripraviť vzorky večer a nechať vyvážiť na noc.

Prenosy meneného CO₂ v meracích kyvetách

Pokusný držiak, ktorý udrží rovnaký počet meracích kyviek ako okrúhlych bánk naplnených vymeneným CO₂, sa pripevní na prázdnu linku vedľa pracovnej rampy. Prázdne kyvety sa opatrne očistia a vymenené plyny v bankách sa jeden po druhom prenesú do meracích kyviek, ktoré sa ochladili tekutým dusíkom. Potom možno meracie kyvety zohriať na izbovú teplotu.

5.2. Používanie prístroja na automatickú výmenu

Pri vyvažovaní naplníte pokusné ampulky 2 ml vína alebo 2 ml vody (referenčnej pre laboratórium) a ochladíte na – 18 °C. Pokusné sklička so zmrazenými vzorkami sa upevnia na vyvažovací systém a keď sa v ňom vytvorí vákuum, pod tlakom 800 hPa doň zavediete oxid uhličitý.

Vyváženie sa dosahuje pri teplote 22 ± 0,5 °C po najmenej piatich hodinách a za mierneho miešania. Keďže trvanie vyvažovania závisí od geometrie ampulky, najprv by sa malo určiť optimálne trvanie pre používaný systém.

Potom sa oxid uhličitý obsiahnutý v ampulkách preniesie cez kapilárnu skúmavku do vstupnej komory hmotnostného spektrometra a podľa osobitných protokolov pre jednotlivé druhy zariadení prebehne meranie.

6. Výpočet a vyjadrenie výsledkov

Pomerný rozdiel δ' intenzít iónov s m/z 46 a 44 (I_{46}/I_{44}) medzi vzorkou a referenciou sa vyjadruje v ‰ prostredníctvom nasledujúcej rovnice:

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

Obsah ¹⁸O vo vzorke v porovnaní so štandardom V.SMOW na stupnici V.SMOW/SLAP je daný nasledujúcim pomerom:

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

Akceptovaná hodnota SLAP sa rovná – 55,5 ‰ v porovnaní s hodnotou V.SMOW. Referenčný pomer izotopov je treba stanoviť po každej sérii 10 meraní na neznámych vzorkách.

7. Presnosť

- opakovateľnosť (r) sa rovná 0,24 ‰
- reprodukovateľnosť (R) sa rovná 0,50 ‰.