

31997R0822

L 117/10

URADNI LIST EVROPSKIH SKUPNOSTI

7.5.1997

UREDBA KOMISIJE (ES) št. 822/97
z dne 6. maja 1997
o spremembi Uredbe (EGS) št. 2676/90 o določitvi metod Skupnosti za analizo vin

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske skupnosti,

ob upoštevanju Uredbe Sveta (EGS) št. 822/87 z dne 16. marca 1987 o skupni ureditvi trga za vino ⁽¹⁾, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (ES) št. 536/97 ⁽²⁾, zlasti člena 74 Uredbe,

ker Priloga k Uredbi Komisije (EGS) št. 2676/90 ⁽³⁾, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (ES) št. 69/96 ⁽⁴⁾, vsebuje opis teh metod analize; ker je bila razvita metoda za analizo razmerja izotopov ¹⁸O/¹⁶O kisika v vodi v vinu in je bila njena veljavnost ugotovljena v skladu z mednarodno priznanimi merili; ker se z uporabo te metode lahko bolje preverja pristnost vina in drugih proizvodov iz njega; ker je Mednarodni urad za trto in vino sprejel opis te nove metode; ker je treba to metodo dodati k navedeni uredbi;

ker so ukrepi, predvideni s to uredbo, v skladu z mnenjem Upravljalnega odbora za vino,

SPREJELA NASLEDNJO UREDBO:

Člen 1

Prilogi k Uredbi (EGS) št. 2676/90 se doda poglavje 43 iz Priloge k tej uredbi.

Člen 2

Ta uredba začne veljati sedmi dan po objavi v *Uradnem listu Evropskih skupnosti*.

Ta uredba je v celoti zavezujoča in se neposredno uporablja v vseh državah članicah.

V Bruslju, 6. maja 1997

Za Komisijo
Franz FISCHLER
Član Komisije

⁽¹⁾ UL L 84, 27.3.1987, str. 1.

⁽²⁾ UL L 83, 25.3.1997, str. 5.

⁽³⁾ UL L 272, 3.10.1990, str. 1.

⁽⁴⁾ UL L 14, 19.1.1996, str. 13.

PRILOGA

43. DOLOČITEV IZOTOPSKEGA RAZMERJA $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ V VODI V VINU

I. OPIS METODE

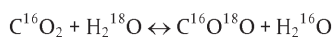
1. Namen metode

Namen te metode je izmeriti izotopsko razmerje $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ v vodi različnega izvora. Izotopsko razmerje $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ se lahko izrazi kot odstopanje od δ ‰ v razmerju do vrednosti izotopskega razmerja mednarodne reference V.SMOW:

$$\delta [\text{‰}] = \left[\frac{R_i}{R_{\text{SMOW}}} - 1 \right] \times 1\,000$$

2. Princip

Izotopsko razmerje $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ se določi z masno spektrometrijo izotopskih razmerij (MSIR) iz ionskih tokov m/z 46 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$) in m/z 44 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$), ki jih ustvarja ogljikov dioksid, pridobljen po izmenjavi z vodo v vinu, v skladu z reakcijo:



Za analizo se uporablja ogljikov dioksid v plinski fazi.

3. Reagenti

- Ogljikov dioksid za analizo
- SMOW (Standard Mean Ocean Water – standardna voda iz sredine oceana)
- GISP (Greenland Ice Sheet Precipitation – kondenzat grenlandske ledene plošče)
- SLAP (Standard Light Arctic Precipitation – standardni lahki arktični kondenzat)
- Referenčna voda, specifična za laboratorij, pazljivo standardizirana glede na referenčni vzorec Mednarodne agencije za atomsko energijo (IAEA) na Dunaju.

4. Laboratorijska oprema

- masni spektrometer izotopskih razmerij z notranjo ponovljivostjo 0,05 ‰
- trojni kolektor za sočasno beleženje ionov m/z 44, 45 in 46 ali pa vgrajen dvojni kolektor za merjenje ionov m/z 44 in 46
- termostatični sistem ($\pm 0,5$ °C) za doseganje ravnotežja med vsebnostjo CO_2 in vode v vinu
- vakuumška črpalka, ki lahko doseže notranji pritisk 0,13 Pa
- stekleničke za vzorce s prostornino 15 ml in kapilarna priključna cevka z notranjim premerom približno 0,015 mm
- pipeta Eppendorf s plastičnim nanašalcem za enkratno uporabo

5. Eksperimentalno določanje

5.1 Ročna metoda

Postopek pri metodi ravnotežja

Uvajanje vzorca

- Vzamemo pipeto Eppendorf s fiksno prostornino 1,5 ml, nastavimo nanašalec in načrpamo tekočino za analizo ter jo pozneje damo v trebušasto bučko. Nato damo okoli vratu trebušaste bučke silicijevo mast in pritrdimo bučko na ventil, pri čemer preverimo, ali je ta nepredušno zaprt.
- Ponovimo postopek za vsako trebušasto bučko na delovni rampi, pri čemer uvajamo referenčno vodo laboratorija v eno od trebušastih bučk.

Razplinjenje rampe

Obe rampi ohladimo s tekočim dušikom, nato celoten sistem očistimo do 0,1 mm Hg, tako da odpremo ventile.

Zatem zapremo ventile in pustimo, da se vse skupaj segreje. Razplinjevalni cikel ponavljamo, dokler ni več razlik v pritisku.

Ravnotežje vode in CO₂

Delovne rampe ohladimo na -70 °C (mešanica tekočega dušika in alkohola), da vodo zamrzujemo in vse vakuumiramo. Po stabilizaciji vakuumu rampo izoliramo z aktiviranjem ventila in očistimo sistem za uvajanje CO₂. V delovno rampo uvedemo plinasti CO₂, potem ko smo jo izolirali od preostalega sistema, pa jo za 12 ur (čez noč) potopimo v termostatično kopel pri 25 °C (± 0,5 °C). Da bi optimizirali čas, ki je potreben za doseganje ravnotežja, je priporočljivo, da vzorce pripravimo ob koncu dneva in pustimo, da se ravnotežje vzpostavi čez noč.

Prenos izmenjanega CO₂ v merilnih celicah

Držalo za vzorce, ki podpira toliko merilnih celic, kolikor je trebušastih bučk z izmenjanim CO₂, namestimo na vakuumski sistem ob delovni rampi. Prazne celice pazljivo očistimo in izmenjane pline, ki jih vsebujejo trebušaste bučke, enega za drugim prenesemo v merilne celice, ki so bile ohlajene s tekočim dušikom. Nato pustimo, da se merilne celice segrejejo na sobno temperaturo.

5.2 Uporaba samodejne izmenjalne aparature

Da bi dosegli ravnotežje, so stekleničke za vzorce napolnjene bodisi z 2 ml vina bodisi z 2 ml vode (delovna referenca laboratorija) in ohlajene na -18 °C. Vzorčna stekelca, ki vsebujejo zamrznjene proizvode, prilagodimo na sistem za ravnotežje; potem ko sistem vakuumiramo, uvedemo ogljikov dioksid pod pritiskom 800 hPa.

Ravnotežje se vzpostavi pri temperaturi 22 ± 0,5 °C po najmanj petih urah in ob zmernem stresanju. Ker je trajanje ravnotežja odvisno od oblike stekleničke, najprej določimo optimalno trajanje za sistem, ki ga uporabljamo.

Ogljikov dioksid nato iz stekleničk s kapilarno cevko prenesemo v uvajalno komoro masnega spektrometra in izvedemo meritev v skladu s posebnim protokolom za vsako vrsto opreme.

6. Izračun in navajanje rezultatov

Relativna razlika δ' razmerja intenzitete ionov m/z 46 in 44 (I₄₆/I₄₄) med vzorcem in referenco se izrazi v ‰ po naslednji enačbi:

$$\delta' \text{ razmerja} = \left[\frac{(I_{46}/I_{44}) \text{ vzorec}}{(I_{46}/I_{44}) \text{ referenca}} - 1 \right] \times 1\,000$$

Vsebnost ¹⁸O v vzorcu v primerjavi z referenco V.SMOW na lestvici V.SMOW/SLAP je izražena v odnosu:

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

Vrednost, sprejeta za SLAP, je enaka -55,5 ‰ v primerjavi z V.SMOW. Izotopsko razmerje reference je treba določiti po vsaki seriji 10 meritev na neznanih vzorcih.

7. Zanesljivost

- Ponovljivost (r) je enaka 0,24 ‰.
- Obnovljivost (R) je enaka 0,50 ‰.