

РЕГЛАМЕНТ (ЕО) № 822/97 НА КОМИСИЯТА

от 6 май 1997 година

за изменение на Регламент (ЕИО) № 2676/90 относно определяне на
обществени методи за анализ на вината

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската общност,

като взе предвид Регламент (ЕИО) № 822/87 на Съвета от 16 март 1986 г. относно общата организация на пазара на вината¹, последно изменен с Регламент (ЕО) № 536/97², и по-специално член 74 от него,

като взе предвид, че приложението към Регламент (ЕИО) № 2676/90 на Комисията³, последно изменен с Регламент (ЕИО) № 69/96⁴, съдържа описание на въпросните методи за анализ; като има предвид, че метод за анализ на изотопното съотношение 180/160 на кислорода във водата, съдържаща се във виното, беше разработен и неговата валидност беше установена в съответствие с международно признати критерии; като взе предвид, че прилагането на този метод може да представлява по-добър способ за проверка на автентичността на виното и други продукти от вино; като взе предвид, че описанието на този нов метод беше прието от Международната служба по лозата и виното; като взе предвид, че този метод следва да се добави към цитирания регламент;

като взе предвид, че мерките, предвидени в настоящия регламент, са в съответствие със становището на Управителния комитет по виното,

ПРИЕ НАСТОЯЩИЯ РЕГЛАМЕНТ:

Член 1

Глава 43, цитирана в приложението към настоящия регламент, се добавя към приложението към Регламент (ЕИО) № 2676/90.

Член 2

Настоящият регламент влиза в сила на седмия ден след публикуването му в *Официален вестник на Европейските Общности*.

Настоящият регламент е задължителен в своята цялост и се прилага пряко във всички държави-членки.

Съставено в Брюксел на 6 май 1997 година.

¹ ОВ L 84, 27.3.1987 г., стр. 1.

² ОВ L 83, 25.3.1997 г., стр. 5.

³ ОВ L 272, 3.10.1990 г., стр. 1.

⁴ ОВ L 14, 19.1.1996 г., стр. 13.

За Комисията:
Franz FISCHLER
Член на Комисията

ПРИЛОЖЕНИЕ

43. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ИЗОТОПНОТО СЪОТНОШЕНИЕ 180/160 КЪМ ВОДНОТО СЪДЪРЖАНИЕ НА ВИНОТО

I. ОПИСАНИЕ НА МЕТОДА

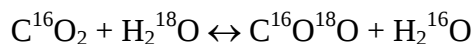
1. Цел на метода

Настоящият метод има за цел да измери изотопното съотношение 180/160 на води с различен произход. Изотопното съотношение 180/160 може да бъде изразено като отклонение d0/00 спрямо стойността на изотопното съотношение на международния еталонен образец V.SMOW:

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

2. Принцип

Изотопното съотношение 180/160 се определя чрез масова спектрометрия на изотопните отношения (МСИО) от йонен ток m/z 46 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$) и m/z 44 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$), генериран от въглероден двуокис, получен след обмен с водата във виното, съгласно следната реакция:



Въглеродният двуокис в газова фаза се използва за анализ .

3. Реагенти

- въглероден двуокис за анализ
- SMOW (стандартна средна океанска вода)
- GISP (Greenland Ice Sheet Precipitation)
- SLAP (Standard Light Arctic Precipitation)
- вода за сравнение, специфична за лабораторията, внимателно стандартизирана спрямо по отношение на еталонния образец на Международната агенция за ядрена енергия във Виена (МААЕ).

4. Лабораторно оборудване

- мас-спектрометър за изотопни отношения със собствена повторемост от 0,05‰

- троен колектор за едновременно регистриране на йони m/z 44, 45 и 46 или, съгласно стандарта, двоен колектор за измерване на йони m/z 44, 45 и 46
- термостатна система ($\pm 0,5$ °C) за реализиране на равновесие между CO₂ и водното съдържание във виното
- вакуумна помпа, която е в състояние да достигне вътрешно налягане 0,13 Pa
- ампули за проби с обем 15 ml и капилярна добавъчна торбичка с вътрешен диаметър около 0,015 mm
- пипета Епендорф с пластмасова конична част за еднократна употреба

5. Експериментални методи

5.1. Ръчен метод

Работен режим на равновесния метод

Вкарване на пробата

- Взема се пипетата Епендорф с фиксиран обем 1,5 ml, поставя се конична част и се изпомпва анализираната течност, за да бъде вкарана в балонна колба. След това се нанася силиконова смазка около гърлото на балонната колба, която се прикрепя към вентила, като се едновременно с това се проверява дали той е затворен плътно.
- Процедурата се повтаря за всяка балонна колба от работната рампа, като в един от балоните се налива лабораторната вода за сравнение.

Дегазиране на работната рампа

Двете рампи се охлаждат с течен азот, след което цялата система се продухва до 0,1 mm Hg чрез отваряне на вентилите.

След това вентилите се затварят плътно и системата се оставя да се нагрее. Цикълът на дегазиране се повтаря до изчезване на отклонението в налягането.

Привеждане на водата и CO₂ в равновесие

Работната рампа се охлажда до -70 °C (смес от течен азот и алкохол) до замръзване на водата, след което рампата се поставя в условия на вакуум. След стабилизиране на вакуума, рампата се изолира чрез задействане на вентила и активиране на системата за вкарване на CO₂. CO₂ се вкарва в работната рампа и след като е изолирана от останалата част на системата, рампата се поставя в термостатна вана при 25 °C ($\pm 0,5$ °C) в продължение на 12 часа (една нощ). За да се оптимизира процесът по отношение на времето, необходимо за привеждане в равновесие, се

препоръчва пробите да се приготвят в края на деня, за да може през нощта да се установи равновесие.

Прехвърляне на CO₂, обменен в мерителни клетки

На празен ред непосредствено до работната рампа се поставя поставка за пробите, в която има толкова мерителни клетки, колкото са балонните колби, съдържащи обменен CO₂. Празните клетки внимателно се продухvat и обменените газове, съдържащи се в балоните, се прехвърлят един след друг в мерителните клетки, охладени с течен азот. След това мерителните клетки се оставят да се нагряят до стайна температура.

5.2. Използване на апаратура за автоматичен обмен

За да се получи равновесие, ампулите за пробите се пълнят с 2 ml вино или 2 ml вода (лабораторен еталонен образец) и се охлаждат до – 18 °C. Плъзгачите с пробите, съдържащи замразените продукти, се адаптират към равновесната система и след създаване на вакуум в системата се вкарва въглероден двуокис при налягане 800 хектопаскала (hPa).

Балансът се постига при температура 22 ± 0,5 °C след минимален период от 5 часа при умерено бъркане. Тъй като времето за установяване на равновесие зависи от геометрията на ампулите, оптималната продължителност трябва да се определя най-напред за използваната система.

След това съдържащият се в ампулите въглероден двуокис се прехвърля във въвеждащата камера на масовия спектрометър с помощта на капилярна тръбичка и измерването се извършва съгласно специфичния протокол за конкретния вид оборудване.

6. Изчисления и изразяване на резултатите

Относителната разлика d' на интензитетите на йоните m/z 46 и 44 (I₄₆/I₄₄) между пробите и еталонния образец се изчислява с помощта на формулата:

$$d' \text{ проба} = 1000 \left[\frac{(I(46)/I(44))_{\text{проба}}}{(I(46)/I(44))_{\text{еталон}}} - 1 \right], \quad 0/00,$$

Съдържанието на ¹⁸O в пробите, сравнено с еталона V.SMOW на скалата V.SMOW/SLAP, се изчислява по формулата

$$d'(^{18}\text{O}) = 55,5 \left[\frac{d' \text{ проба} - d' \text{ SMOW}}{d' \text{ SMOW} - d' \text{ SLAP}} \right].$$

Приетата за SLAP стойност е равна на 55,5 0/00 в сравнение с V.SMOW. Изотопното съотношение на еталонния образец се определя след всяка серия от 10 измервания на неизвестни проби.

7. Точност

- повторяемостта (r) е равна на $0,24^{0}_{00}$
- възпроизводимостта (R) е равна на $0,50^{0}_{00}$.