

KOMMISJONSFORORDNING (EF) nr. 822/97**av 6. mai 1997****om endring av forordning (EØF) nr. 2676/90 om fastsettelse av felles analysemetoder for vin(*)**

KOMMISJONEN FOR DE EUROPEISKE FELLESSKAP HAR —

under henvisning til traktaten om opprettelse av Det europeiske fellesskap,

under henvisning til rådsforordning (EØF) nr. 822/87 av 16. mars 1987 om den felles markedsordning for vin⁽¹⁾, sist endret ved forordning (EF) nr. 536/97⁽²⁾, særlig artikkel 74, og

ut fra følgende betraktninger:

Vedlegget til kommisjonsforordning (EØF) nr. 2676/90⁽³⁾, sist endret ved forordning (EF) nr. 69/96⁽⁴⁾, inneholder en beskrivelse av analysemetodene. Det er utviklet en metode for å analysere forholdet mellom oksygenisotopene ¹⁸O/¹⁶O i vannet i vin som er validert i samsvar med internasjonalt godkjente kriterier. Anvendelsen av metoden kan sikre bedre kontroll med ektheten av viner og andre vinprodukter. Beskrivelsen av den nye metoden er vedtatt av Det internasjonale vinkontor. Metoden bør derfor tilføyes i nevnte forordning.

Tiltakene fastsatt i denne forordning er i samsvar med uttalelse fra Forvaltningskomiteen for vin —

VEDTATT DENNE FORORDNING:

Artikkel 1

Kapittel 43 som er oppført i vedlegget, tilføyes i vedlegget til forordning (EØF) nr. 2676/90.

Artikkel 2

Denne forordning trer i kraft den sjuende dag etter at den er kunngjort i *De Europeiske Fellesskaps Tidende*.

Denne forordning er bindende i alle deler og kommer direkte til anvendelse i alle medlemsstater.

Utferdiget i Brussel, 6 mai 1997.

For Kommisjonen

Franz FISCHLER

Medlem av Kommisjonen

(*) Denne EF-rettsakten, kunngjort i EFT nr. L 117 av 7.5.1997, s. 10, er omhandlet i EØS-komiteens beslutning nr. 80/98 av 31. juli 1998 om endring av EØS-avtalens protokoll 47 om opphevelse av tekniske hindringer for handel med vin, se denne utgaven av EØS-tillegget til De Europeiske Fellesskaps Tidende.

⁽¹⁾ EFT nr. L 84 av 27.3.1987, s. 1.

⁽²⁾ EFT nr. L 83 av 25.3.1997, s. 5.

⁽³⁾ EFT nr. L 272 av 3.10.1990, s. 1.

⁽⁴⁾ EFT nr. L 14 av 19.1.1996, s. 13.

VEDLEGG

43. **BESTEMMELSE AV FORHOLDET MELLOM ISOTOPENE $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ I VANNINNHALDET I VIN**

I. BESKRIVELSE AV METODEN

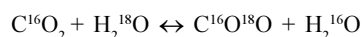
1. **Metodens formål**

Denne metoden har til formål å måle forholdet mellom isotopene $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ i vann av ulik opprinnelse. Forholdet mellom isotopene $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ kan uttrykkes i avvik d ‰ fra verdien av forholdet mellom isotopene i den internasjonale referansen V.SMOW:

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

2. **Prinsipp**

Forholdet mellom isotopene $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ bestemmes ved massespektrometri for forholdet mellom isotoper (MSIR) fra ionestrømmer med m/z 46 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$) og m/z 44 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$) framstilt av karbondioksid, som framkommer etter utveksling med vannet i vinen etter følgende reaksjon:



Karbondioksiden fra gassfasen brukes i analysen.

3. **Reagenser**

- Karbondioksid til analysen
- SMOW (Standard Mean Ocean Water)
- GISP (Greenland Ice Sheet Precipitation)
- SLAP (Standard Light Arctic Precipitation)
- Laboratoriets eget referansevann, som kalibreres omhyggelig i forhold til referanseprøver fra Det internasjonale atomenergibyrå i Wien (IAEA).

4. **Laboratorieutstyr**

- Massespektrometer for forholdet mellom isotoper med en intern repeterbarhet på 0,05 ‰,
- tredobbel kollektor for samtidig registrering av ioner med m/z 44, 45 og 46 eller, i mangel av dette, dobbel kollektor for måling av ioner med m/z 44 og 46,
- termostatsystem ($\pm 0,5^\circ\text{C}$) for å oppnå likevekt mellom CO_2 og vanninnholdet i vinen,
- vakuumpumpe som kan få et innvendig trykk på 0,13 Pa,
- kolber til prøver med volum på 15 ml som er utstyrt med et kapillærrør med en indre diameter på 0,015 mm,
- Eppendorf-pipette med engangshette av plast.

5. **Forsøksmålinger**5.1. *Manuell metode*

Framgangsmåte for å oppnå likevekt

Innføring av prøven

- En Eppendorf-pipette med et fast volum på 1,5 ml utstyres med hette, og væsken som skal analyseres, pipetteres i en kolbe. Kolbens hals innsettes deretter med silikonfett, og kolben festes til ventilen, som skal være helt lukket,
- operasjonen gjentas for hver kolbe på arbeidsstativet, og laboratoriets referansevann helles i en av kolbene.

Avgassing av stativet

De to stativene avkjøles med flytende nitrogen, og hele systemet renses ved at ventilene åpnes til det får et trykk på 0,1 mm Hg.

Deretter lukkes ventilene, og innretningen varmes opp. Avgassingene gjentas til det ikke lenger forekommer trykkvariasjon.

Likevekt mellom vann og CO₂

Arbeidsstativet kjøles ned til -70°C (blanding av flytende nitrogen og alkohol) slik at vannet fryses, og innretningen settes under vakuum. Etter at vakuomet er blitt stabilt, isoleres innretningen ved hjelp av ventilen, og systemet for innføring av CO₂ renses. Gassformig CO₂ innføres i arbeidsstativet, og etter at resten av systemet er isolert, settes stativet i vannbad ved 25°C (± 0,5°C) i 12 timer (én natt). For best å utnytte tiden som kreves for å oppnå likevekt, bør prøvene tilberedes mot slutten av dagen slik at likevekt oppnås i løpet av natten.

Overføring av den utvekslede CO₂ til målecellene

En prøveholder med like mange måleceller som kolber med utvekslet CO₂ festes til vakuumledningen ved siden av arbeidsstativet. De tomme cellene renses omhyggelig, og de utvekslede gassene i kolbene overføres én etter én til målecellene som er blitt avkjølt med flytende nitrogen. Målecellene varmes deretter opp til romtemperatur.

5.2 *Bruk av automatisk utvekslingsapparat*

For å oppnå likevekt fylles prøvekolbene med 2 ml vin eller 2 ml vann (laboratoriets arbeidsreferanse) og avkjøles til -18°C. Prøveholderen med de nedfrosne produktene tilpasses likevektsystemet, og etter at det er oppstått vakuum i systemet, innføres CO₂ med et trykk på 800 hPa.

Likevekt oppnås ved en temperatur på 22 ± 0,5°C i løpet av minst fem timer ved moderat rising. Ettersom tiden for å oppnå likevekt avhenger av kolbens geometri, bør den optimale tiden bestemmes på forhånd for systemet som benyttes.

Innholdet av CO₂ i kolbene overføres deretter til massespektrometerets innføringskammer ved hjelp av et kapillærrør, og målingen foretas etter den protokoll som gjelder for den aktuelle apparattypen.

6. **Beregning og angivelse av resultater**

Den relative forskjellen δ' i intensitetsforholdet for ioner med m/z 46 og 44 (I_{46}/I_{44}) mellom prøven og referansen uttrykkes i promille ved hjelp av følgende formel:

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

Innholdet av ^{18}O i prøven i forhold til referansen V.SMOW på skalaen V.SMOW/SLAP er gitt ved følgende formel:

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

Verdien som godtas for SLAP, er lik -55,5 ‰ i forhold til V.SMOW. For ukjente prøver må forholdet mellom isotoper i referansen bestemmes etter hver tiende måling.

7. Pålitelighet

- Repeterbarhet (r) er lik 0,24 ‰,
- Reproducerbarhet (R) er lik 0,50 ‰.