

INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 2, DE 02 DE FEVEREIRO DE 2006

Oficializa a metodologia analítica para determinação da razão isotópica do oxigênio em vinhos, conforme Anexo da presente Instrução Normativa.

O MINISTRO DE ESTADO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, no uso da atribuição que lhe confere o art. 87, parágrafo único, inciso II, da Constituição, tendo em vista o disposto no art. 2o, inciso VI, do Decreto no 99.066, de 8 de março de 1990, e o que consta do Processo no 21000.010508/2005-17, resolve:

Art. 1º Oficializar a metodologia analítica para determinação da razão isotópica do oxigênio em vinhos, conforme Anexo da presente Instrução Normativa.

Art. 2º Esta Instrução Normativa entra em vigor na data de sua publicação.

ROBERTO RODRIGUES

ANEXO

DETERMINAÇÃO DA RAZÃO ISOTÓPICA $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ DA ÁGUA DOS VINHOS E DERIVADOS

1. Objetivo do Método:

Determinar a razão isotópica (R) $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ de águas de diferentes origens nos vinhos e derivados. A razão (R) isotópica $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ da amostra (i) é determinada em relação à razão isotópica do padrão internacional V-SMOW e expressa na terminologia delta per mil ($\delta\text{‰}$) de acordo com a equação (1).

$$\delta\text{‰} (i, \text{SMOW}) = \left[\frac{R_i}{R_{\text{SMOW}}} - 1 \right] 10^3$$

2. Princípio:

A razão isotópica $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ é determinada por espectrometria de massa de razão isotópica (EMRI ou "IRMS") a partir das correntes iônicas geradas no íon CO_2 com as seguintes espécies moleculares isotópicas: $m/z = 44$ ($^{12}\text{C} \ ^{16}\text{O} \ ^{16}\text{O}^+$); $m/z = 45$ ($^{13}\text{C} \ ^{16}\text{O} \ ^{16}\text{O}^+$) e $m/z = 46$ ($^{12}\text{C} \ ^{16}\text{O} \ ^{18}\text{O}^+$). O gás CO_2 é obtido através da reação de troca isotópica entre o $\text{CO}_2(\text{g})$ e a água do vinho (l), em temperatura controlada, segundo a expressão (2).



O dióxido de carbono da fase gasosa é utilizado para a análise após o equilíbrio.

3. Reagentes:

- Dióxido de carbono gasoso para análise.
- Padrão V-SMOW (Standard Mean Ocean Water - IAEA).
- Padrão SLAP (Standard Light Artic Precipitation - IAEA).

- Água (s) de referência do laboratório rigorosamente padronizada (s) em relação às amostras de referência da Agência Internacional de Energia Atômica de Viena (IAEA).

4. Equipamentos e materiais:

- Espectrômetro de massa de razão isotópica com uma precisão interna de 0,05‰, acoplado a um Analisador Elemental para purificação do gás e medidas online;
- Triplo coletor para a determinação simultânea dos íons de massa/carga 44, 45 e 46;
- Sistema de agitação com controle de temperatura para o equilíbrio entre o CO₂(g) e H₂O(l) da amostra;
- Frascos para amostras com um volume de 10ml;
- Seringa de ponta fina;
- Seringa analítica para gases.

5. Método experimental:

Preparar frascos de 10ml preenchendo-os com CO₂(g) de composição isotópica conhecida (δ‰¹⁸O)

Fechar hermeticamente com tampa de borracha e lacre de alumínio. Inserir, com o auxílio de uma seringa, 3ml da amostra de vinho, derivados ou água padrão nos frascos previamente preparados.

Manter os frascos, com a mistura CO₂(g) e amostra, em posição vertical, com a tampa para baixo, sob agitação constante e temperatura controlada a 25°C (3± 0,5°C) durante 24 horas.

A transferência da fase gasosa para o espectrômetro de massa é efetuada com uma seringa analítica hermética para gases, com sistema de fechamento manual.

6. Cálculo dos resultados:

O percentual de água exógena na amostra é calculado por meio dos valores de (δ‰¹⁸O) analisados, por meio da equação (3).

$$\% \text{vinho puro} = \left(\frac{\delta \text{ amostra} - \delta \text{ água exógena}}{\delta \text{ vinho padrão} - \delta \text{ água exógena}} \right) \times 100$$

7. Expressão dos resultados:

O resultado é expresso nos termos de ausência ou presença acima de 10% de água exógena.

Observações:

1 - ~~Será considerado presença de água exógena acima de um limite de 10%, em função das variações climáticas e práticas enológicas. Este limite e a expressão dos resultados deverão ser reavaliados para as futuras safras.~~ (Item tornado sem efeito pela Instrução Normativa nº 21 de 22/05/2007)

2 - Os vinhos padrões correspondem a vinhos genuínos, isentos de adição de água e chaptalização, vinificados no Laboratório de Referência Enológica.

8. Repetibilidade e linearidade do método:

- A repetibilidade (r) é igual a 0,12 ‰.
- O coeficiente de variação foi de 0,66%.
- A linearidade apresentou um coeficiente de correlação de R²= 0,9999.

9. Referências Bibliográficas

Fessenden, J. E.; Cook, C. S.; Lott M. J.; Ehleringer J. R. (2002). **Rapid ¹⁸O analysis of small water and CO₂ samples using a continuous-flow isotope ratio mass spectrometer.** Rapid Communications in Mass Spectrometry, 16: 1257-1260.

OIV (1999). **Détermination du rapport isotopique ¹⁸O/¹⁶O de l'eau des vins.** Mouillage. Resolução OIV OENO 2/96. Recueil des methodes internationales d'analyse des vins et des mouts. Paris, p. 383+-386+.