RESOLUTION OIV-OENO 691-2025

BESTIMMUNG DER $^{13}C/^{12}C$ UND $^{18}O/^{16}O$ ISOTOPENVERHÄLTNISSE VON L(+)-WEINSÄURE MITTELS ISOTOPENVERHÄLTNIS-MASSENSPEKTROMETRIE

DIE GENERALVERSAMMLUNG,

GESTÜTZT auf Artikel 2 Absatz 2 iv des Übereinkommens vom 3. April 2001 zur Gründung der Internationalen Organisation für Rebe und Wein,

GESTÜTZT auf die Arbeiten der Sachverständigengruppe „Spezifikationen önologischer Erzeugnisse“,

BESCHLIESST auf Vorschlag der Kommission II „Önologie“, die Monographie COEI-1-LTARAC in Kapitel I des *Internationalen Önologischen Kodex* durch Hinzufügen des folgenden kursiv gedruckten Satzes in Teil 6 „Kennzeichnende Merkmale“ zu ändern: *„6.5 Bestimmung des Ursprungs: Die in Anlage I beschriebene Methode kann zur Bestimmung des Ursprungs von Weinsäure (aus Trauben oder synthetische Weinsäure) angewendet werden“*.

BESCHLIESST auf Vorschlag der Kommission II „Önologie“, die folgende Methode der Monographie COEI-1-LTARAC in Kapitel I des Internationalen Önologischen Codex als Anhang 1 anzufügen,

ANHANG I

BESTIMMUNG DER $^{13}C/^{12}C$ UND $^{18}O/^{16}O$ ISOTOPENVERHÄLTNISSE VON L(+)-WEINSÄURE MITTELS ISOTOPENVERHÄLTNIS-MASSENSPEKTROMETRIE

EINLEITUNG

L(+)-Weinsäure ist eine natürliche kristalline Verbindung, die in vielen Früchten wie z.B. Trauben enthalten ist. In Traubenmost beträgt ihr Gehalt zwischen 0,2 und 6 g/L beträgt.

In der Literatur wird aufgezeigt, dass anhand der $^{13}C/^{12}C$ und $^{18}O/^{16}O$

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

Isotopenverhältnisse von Weinsäure die Weinsäure aus Trauben von synthetischer Weinsäure unterschieden werden kann.

Die nachfolgend beschriebene Methode kann daher zur Bestimmung des Ursprungs von Weinsäure angewendet werden: Weinsäure aus Trauben oder synthetische Weinsäure.

WARNHINWEIS: *Einige der in diesem Verfahren verwendeten Reagenzien sind gefährlich. Bei ihrer Verwendung ist besondere Vorsicht geboten. Dem Anwender wird empfohlen, die Anweisungen auf dem Etikett des Produktbehältnisses zu beachten und Informationen über die Gefährlichkeit der verwendeten Reagenzien und ihre Entsorgung den Sicherheitsdatenblättern zu entnehmen.*

1. ZIEL UND ANWENDUNGSGEBIET

Ziel der Methode ist die Analyse der $^{13}C/^{12}C$ und $^{18}O/^{16}O$ Isotopenverhältnisse von L(+)-Weinsäure mit einer Reinheit von mindestens 95 % mittels Isotopenverhältnis-Massenspektrometrie (IRMS).

2. BEGRIFFE UND DEFINITIONEN

Für die Zwecke dieses Dokuments gelten folgende Definitionen:

$^{13}C/^{12}C$: Verhältnis zwischen den Isotopen Kohlenstoff-13 und Kohlenstoff-12 in einer Probe

$\delta^{13}C$: Verhältnis zwischen den Isotopen Kohlenstoff-13 (^{13}C) und Kohlenstoff-12 (^{12}C), angegeben als Delta-Wert in Promille (‰)

$^{18}O/^{16}O$: Verhältnis zwischen den Isotopen Sauerstoff-18- und Sauerstoff-16 in einer Probe

$\delta^{18}O$: Verhältnis zwischen den Isotopen Sauerstoff-18- und Sauerstoff-16, angegeben als Delta-Wert in Promille (‰)

V-PDB Vienna-Pee Dee Belemnite: internationaler Referenzstandard für die Berechnung von $\delta^{13}C$

V-SMOW Vienna-Standard Mean Ocean Water: internationaler Referenzstandard für die Berechnung von $\delta^{18}O$

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

3. PRINZIP

L(+)-Weinsäure mit einer Reinheit von mindestens 95 % wird analysiert. Die stabilen Isotopenverhältnisse von C und O werden mit einem Isotopenverhältnis-Massenspektrometer (IRMS), das an einen Elementaranalysator (EA) und einen Pyrolysator (P) gekoppelt ist, anhand der Ionenströme bestimmt:

- m/z 44 ($^{12}C^{16}O^{16}O$), m/z 45 ($^{13}C^{16}O^{16}O$) erzeugt durch das Kohlendioxid, das bei der Verbrennung der Probe im Elementaranalysator entsteht,
- m/z 28 ($^{12}C^{16}O$) und m/z 30 ($^{12}C^{18}O$) erzeugt durch das Kohlenmonoxid, das aus der Pyrolyse der Probe im Pyrolysator entsteht.

4. REAGENZIEN UND MATERIALIEN

Die Reagenzien und Verbrauchsmaterialien hängen von den im Labor verwendeten Geräten ab. Für die Verbrennung der Probe werden in der Regel Elementaranalysatoren und für die Pyrolyse Pyrolysatoren verwendet. Diese Systeme können für die Einführung von Proben in versiegelten Metallkapseln ausgerüstet sein.

Außer den in der Tabelle in Ziffer 4.3 aufgeführten Materialien können alle zertifizierten internationalen Referenzmaterialien verwendet werden.

4.1. Verbrauchsmaterialien

4.1.1. Helium für die Analyse (CAS 07440-59-7)

4.1.2. Sauerstoff für die Analyse (CAS 07782-44-7)

4.1.3. Oxidations-, Reduktions- und Pyrolysereagenzien für den Ofen und das Verbrennungssystem wie Kupferoxid (II) für die Elementaranalyse (CAS 1317-38-0) oder Glaskohlenstoff für die Pyrolyse (CAS 16291-96-6)

4.1.4. Al_2O_3-Säule und Glaskohlenstoff für die Pyrolyse

4.1.5. Trockenmittel zur Eliminierung des bei der Verbrennung entstehenden Wassers, z.B. Anhydron für die Elementaranalyse (Magnesiumperchlorat) (CAS 10034-81-8). *Nicht erforderlich für Geräte, die mit einem Wasserentfernungssystem mit Kühlfalle oder selektiv durchlässigem Kapillarrohr ausgestattet sind*

4.1.6. Einwegkapseln aus Zinn und Silber

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

4.2. Arbeitsstandards

4.2.1. Kohlendioxid (CO_2) [CAS-Nr. 00124-38-9] mit einer Reinheit von mindestens 99,998 % und Kohlenmonoxid (CO) [630-08-0] mit einer Reinheit von mindestens 99,970 % als Referenzgas für die Messung

4.2.2 Kontroll- und Arbeitsstandards für L(+)-Weinsäure mit $\delta^{13}C$- und $\delta^{18}O$-Werten, die mit internationalen Referenzmaterialien kalibriert sind

4.3. Häufig verwendete Referenzmaterialien

Bezeichnung	Material	$\delta^{13}C$ vs. V-PDB ‰	$\delta^{18}O$ vs. V-SMOW ‰
CBS (Caribou Hoof Standard)	Caribou Hoof Standard		+2,39 ± 0,13
IAEA-600	Koffein	−27,771 ± 0,043	
IAEA-601	Benzoesäure	−28,81 ± 0,04	+23,14 ± 0,19
IAEA-602	Benzoesäure	−28,85 ± 0,04	+71,28 ± 0,36
IAEA-CH-7	Polyethylen	−32,151 ± 0,05	
KHS (Kudu Horn Standard)	Kudu Horn Standard		+21,21 ± 0,17
NBS22	Mineralöl	−30,031 ± 0,04	
USGS40	Glutaminsäure	−26,39 ± 0,04	
USGS24	Graphit	−16,05 ± 0,07	
USGS42	Pulver Menschenhaar (Tibet)	−21,09 ± 0,10	+8,56 ± 0,10

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

USGS43	Pulver Menschenhaar (Indien)	−21,28 ± 0,10	+14,11 ± 0,10
USGS54	Holzmehl *Pinus contorta* canadensis	−24,43 ± 0,02	+17,79 ± 0,15
USGS55	Holzmehl Ziricote (Mexiko)	−27,13 ± 0,02	+19,12 ± 0,07
USGS56	Holzmehl *Berchemia zeyheri* (Südafrika)	−24,34 ± 0,01	+27,23 ± 0,03
USGS90	Hirsemehl (Toskana, Italien)	-13,75 ± 0,06	+35,90± 0,29

5. GERÄTSCHAFTEN

Übliche Laborgeräte, insbesondere folgende Geräte:

5.1. Isotopenverhältnis-Massenspektrometer (IRMS)

Das Isotopenverhältnis-Massenspektrometer ermöglicht die Bestimmung des relativen Gehalts des schweren Isotops im Vergleich zum leichten Isotop der Gase CO_2 und CO, die bei der Verbrennung oder Pyrolyse der Probe entstehen, mit einer internen Genauigkeit von 0,1 ‰ für C und 0,2 ‰ für O. Die interne Präzision ist hier definiert als die Differenz zwischen zwei Messungen derselben Gasprobe.

Das Massenspektrometer ist für die simultane Messung der Ionenströme m/z 44, 45, 46 oder 28, 29, 30 in der Regel mit einer Reihe von Kollektoren ausgestattet.

Durch die Messung der entsprechenden Intensitäten wird zum Beispiel das $^{13}C/^{12}C$ - Isotopenverhältnis durch das Intensitätsverhältnis von m/z = 45 und m/z = 44 nach Korrekturen für die isobare Spezies $^{12}C^{17}O^{16}O$ bestimmt, deren Anteil als Funktion der Intensität des für m/z = 46 gemessenen Stroms und der relativen Häufigkeit von ^{18}O und ^{17}O berechnet werden kann (Craig-Korrektur).

Das Massenspektrometer für die Bestimmung von Isotopenverhältnissen muss

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

ausgestattet sein mit:

- Einem doppelten Einlasssystem (double inlet system) zur abwechselnden Messung der Probe und eines Referenzstandards
- Oder einem kontinuierlichen Durchflusssystem, das die bei der Verbrennung von Proben und Arbeitsstandards entstehenden Gase quantitativ in das Massenspektrometer leitet.

5.2. Elementaranalysator (EA) oder Pyrolysator (P)

Verbrennungs- und Pyrolyseapparatur, durch die die Probe quantitativ in Kohlendioxid (im Falle der Verbrennung) und Kohlenmonoxid (im Falle der Pyrolyse) umgewandelt werden kann, und die es ermöglicht, die Gase zu trennen und Wasser ohne Isotopenfraktionierung zu entfernen. Dabei kann es sich um ein im Massenspektrometer integriertes System mit kontinuierlichem Durchfluss oder um ein autonomes Verbrennungssystem handeln. Im letzteren Fall werden die Gase in speziellen Behältnissen gesammelt, die dann an das IRMS angeschlossen werden.

5.3. Mikro-Analysewaage

(Wägebereich 0 – 100 mg, Genauigkeit mindestens 0,01 mg) zur Messung der Masse der zu analysierenden Probe (siehe Ziffer 6.2.1)

6. Durchführung

6.1. Vorbereitung der Probe für die Analyse

Die Analyse wird an der Weinsäureprobe einer Reinheit von mindestens 95 % durchgeführt. Um homogene Proben zu erhalten, werden sie in einem Mörser zerstoßen.

6.2. Analyse der Isotopenverhältnisse

Bei der instrumentellen Messung wird das im Gerätehandbuch angegebene und vom Hersteller empfohlene Verfahren angewendet.

Die nachstehende Beschreibung bezieht sich auf das Verfahren, das für die Verbrennung oder Pyrolyse mit handelsüblichen automatischen Verbrennungssystemen in der Regel angewendet wird. Es können andere Verfahren angewendet werden, die die quantitative Umwandlung der Proben in Kohlendioxid

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

und Kohlenmonoxid ohne Verdampfungsverluste gewährleisten.

6.2.1. Einkapselung der Proben und Analyse:

- Es sind saubere Kapseln, Zangen und eine saubere Arbeitsplatte zu verwenden;
- Für die Verbrennung sind Zinnkapseln und für die Pyrolyse Silberkapseln zu verwenden;
- Eine Kapsel geeigneter Größe ist mithilfe der Zange zu entnehmen;
- Die notwendige Menge Flüssigkeit wird in die Kapsel eingeführt.

Hinweis:
Die zu Probenmenge muss so bemessen sein, dass die Differenz zwischen der Menge an CO (bei Pyrolyse) oder CO_2 (bei Verbrennung), die von der Probe und dem Arbeitsstandard (oder Referenzmaterial) erzeugt wird, nicht mehr als 50 % beträgt. Um in diesem Akzeptanzbereich zu liegen, muss eine Vormessung durchgeführt werden, bei der die einzuwiegende Probenmenge (falls unbekannt) ermittelt wird.

- Mikroanalytische Wägung;
- Die Kapsel mit der Zange verschließen;
- Für die Analyse des $^{13}C/^{12}C$-Isotopenverhältnisses sind für jede Probe mindestens zwei und für die Analyse des $^{18}O/^{16}O$ Isotopenverhältnisses drei Kapseln vorzubereiten;
- Die Kapseln werden an geeigneter Stelle im automatischen Probenwechsler des Elementaranalysators und/oder des Pyrolysators (falls vorhanden) angeordnet. Jede Kapsel ist mit einer Ordnungsnummer zu versehen;
- Die Kapseln mit dem Arbeitsstandard werden systematisch an den Anfang und an das Ende der Probenreihe gesetzt;
- Zur Erstellung einer Kontrollkarte sind regelmäßig Kontrollproben (z.B. eine handelsübliche zuvor kalibrierte Weinsäure, siehe 4.2) in die Probenreihe einzubringen.

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

6.2.2. Kontrolle und Einstellung der Geräte für die Isotopenanalyse

- Für eine optimale Verbrennung/Pyrolyse der Probe ist die Ofentemperatur des Elementaranalysators/Pyrolysators und der Durchfluss von Kohlendioxid, Helium und Sauerstoffgas gemäß den Anweisungen des Herstellers einzustellen;
- Prüfung auf eventuelle Undichtigkeiten im System für die Elementaranalyse/Pyrolyse und Massenspektrometrie (z.B. durch Kontrolle des Ionenstroms für m/z = 40, was Argon entspricht);
- Einstellung des Massenspektrometers gemäß den Anweisungen des Herstellers;
- Überprüfung des Systems mithilfe von bekannten Kontrollproben vor Beginn der Messungen an den Proben.

6.2.3 Durchführung der Messungen

- Die im automatischen Probenwechsler des Elementaranalysators/Pyrolysator angeordneten Proben werden nacheinander bearbeitet. Die Gase jeder Probenverbrennung werden zum Massenspektrometer überführt, das die Ionenströme misst. Der mit den Geräten verbundene Computer registriert die Stärke der Ionenströme und berechnet die δ-Werte für jede Probe.

7. BERECHNUNG

7.1. Korrektur und Angabe der Isotopendaten

Entsprechend dem IUPAC-Protokoll werden die $^{13}C/^{12}C$ - und $^{18}O/^{16}O$-Werte auf der Delta-Skala (□‰) in Bezug auf den internationalen Standard V-PDB (Vienna-Pee Dee Belemnite) und V-SMOW (Meerwasser) durch die Gleichung 1 ausgedrückt:

$$(1)\delta_{ref}({}^{i}E/{}^{j}E,sample) = \left[\frac{R({}^{i}E/{}^{j}E,sample)}{R({}^{i}E/{}^{j}E,ref)}\right] - 1$$

Wobei ref für den internationalen Messstandard; sample für die analysierte Probe und $^{i}E/^{j}E$ für das Isotopenverhältnis zwischen schwereren und leichteren Isotopen stehen.

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

Die Delta-Werte werden mit 1000 multipliziert und in Promille (‰) angegeben.
Die Daten werden in der Regel vom Gerät angegeben und beziehen sich auf die für die Analyse verwendeten Standardgase (CO_2 und CO). Die erhaltenen Daten müssen korrigiert und normiert werden. Mindestens zwei internationale Referenzmaterialien (siehe Tabelle 4.3.) oder (zuvor kalibrierte) Arbeitsstandards sind an den Anfang und das Ende der Analysenserie zu stellen und müssen an den Endpunkten des Messbereichs sowohl für die Kohlenstoffanalyse (z. B. USGS 24 und 55) als auch für die Sauerstoffanalyse (z. B. IAEA 601 und 602) zertifizierte Werte aufweisen. Die beiden durch die Referenzmaterialien (oder Arbeitsstandards) erhaltenen Messpunkte werden zur Erstellung einer Interpolationsgeraden und zur Berechnung der entsprechenden Gleichung verwendet, die dann zur Korrektur aller erhaltenen Daten herangezogen wird.

7.2. Qualitätskontrolle der Analysen

- Der für die vom Labor verwendeten Arbeitsstandards oder internationalen Standards ermittelte Mittelwert muss innerhalb des bei der Kalibrierung festgelegten oder im Zertifikat angegebenen Gültigkeitsbereichs liegen.
- Die Differenz zwischen den beiden Wiederholmessungen derselben Probe muss weniger als 0,3‰ für die Kohlenstoffanalyse und 0,5‰ für die Sauerstoffanalyse betragen.

7.3. Schätzung der Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit der Methode

Anhand des von Juni bis September 2022 durchgeführten Ringversuchs, an dem neun internationale Laboratorien teilnahmen, konnten die Wiederholbarkeit und die Vergleichbarkeit der Methode geschätzt werden. Die Studien zur Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit wurden an fünf Doppelblindproben von L-Weinsäure (insgesamt 10 Proben) mit unterschiedlichen $\delta^{13}C$ - und $\delta^{18}O$ -Werten durchgeführt. Zudem wurden jedem Labor die beiden internationalen Standards CBS Caribou Hoof Standard (mit einem zertifizierten Wert von $\delta^{18}O$ = +2,39 ‰ und $\delta^{13}C$ = -22,63 ‰) und USGS90 Millet flour (mit einem zertifizierten Wert von $\delta^{18}O$ = +35,90 ‰ und $\delta^{13}C$ = -13,75 ‰) zur Verfügung gestellt, um die Daten anhand einer Zweipunktgeraden zu korrigieren.
Die Studiendaten wurden bereitgestellt von:

1. Fondazione Edmund Mach – San Michele all'Adige (Trento) – Italien

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

2. Agenzia Dogane Monopoli - Laboratorio chimico di Torino – Turin - Italien
3. Imprint Analytics GmbH – Neutal - Österreich
4. Hydroisotop GmbH - Stable isotope laboratory – Schweitenkirchen – Deutschland
5. Agroisolab GmbH – Jülich – Deutschland
6. Eurofins Authenticity Competence Centre – Nantes – Frankreich
7. TLR international laboratories - Ridderkerk – Niederlande (nur für Kohlenstoff)
8. State scientific research Institute of the brewing and wine industry – Moskau – Russland
9. SGS Taiwan Ltd. - New Taipei City – Taiwan

Anhand der erzielten Ergebnisse (Tabellen 1 und 2 in Anhang 1) können die folgenden Validierungsparameter geschätzt werden:

$\delta^{13}C$ / ‰ vs V-PDB

Probe	Weinsäure 1	Weinsäure 2	Weinsäure 3	Weinsäure 4	Weinsäure 5
Anzahl der gültigen Ergebnisse	9	9	9	9	9
Anzahl der Wiederholungen	2	2	2	2	2
Mittelwert	-26,49	-30,21	-23,14	-24,81	-22,71
Sr	0,09	0,03	0,03	0,04	0,02
SR	0,12	0,12	0,09	0,09	0,09

$\delta^{18}O$ / ‰ vs V-SMOW

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

Probe	Weinsäure 1	Weinsäure 2	Weinsäure 3	Weinsäure 4	Weinsäure 5
Anzahl der gültigen Ergebnisse	8	8	8	8	8
Anzahl der Wiederholungen	2	2	2	2	2
Mittelwert	13,38	16,24	28,41	38,3	47,14
Sr	0,22	0,15	0,2	0,13	0,26
SR	0,83	0,69	0,74	0,84	1,08

7.4. Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit

Wiederholbarkeit

Die absolute Differenz zwischen zwei Einzelergebnissen, die von einem Anwender innerhalb der kürzest möglichen Zeitspanne mit denselben Geräten an einer identischen Probe ermittelt wurden, überschreitet die Wiederholgrenze r nicht häufiger als in 5 % der Fälle.

Die akzeptierten Werte der relativen Standardabweichung der Wiederholbarkeit (RSDr) betragen 0,09 ‰ für den Parameter $\delta^{13}C$ und 0,26 ‰ für den Parameter $\delta^{18}O$.

Vergleichbarkeit

Die absolute Differenz zwischen zwei Einzelergebnissen, die von zwei Laboratorien an einer identischen Probe ermittelt wurden, überschreitet die Vergleichsgrenze R nicht häufiger als in 5 % der Fälle.

Die akzeptierten Werte der relativen Standardabweichung der Vergleichbarkeit (RSDr) betragen 0,12 ‰ für den Parameter $\delta^{13}C$ und 1,08 ‰ für den Parameter $\delta^{18}O$.

8. ISOTOPISCHE CHARAKTERISIERUNG VON L(+)-WEINSÄURE WEINBAULICHEN URSPRUNGS

Von Januar 2019 bis Dezember 2023 wurden an der Stiftung Edmund Mach in San Michele all'Adige (TN), Italien, Forschungsarbeiten durchgeführt, durch die die

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

Schwellenwerte für δ^{13}C und δ^{18}O von 95 % für eine L(+)-Weinsäure aus Trauben festgelegt wurden. Es wurden 81 Calciumtartrat-Proben aus verschiedenen Ländern (Italien, Frankreich, Spanien, Australien und Südamerika) analysiert, die Hauptlieferanten des Ausgangsstoffs für die Verarbeitungsunternehmen sind. Die Lieferanten garantierten, dass die Proben aus Weintrub und Trester von Kellereien stammen, die (soweit zulässig) keine Weinsäure synthetischen Ursprungs verwenden. Die Proben wurden im Labor in L(+)-Weinsäure umgewandelt, und zwar in einer Versuchsanlage, die es ermöglicht, mit kleinen Mengen zu arbeiten, die aber technisch einer industriellen Anlage entspricht. Die Proben wurden gereinigt und hinsichtlich der δ^{13}C- und δ^{18}O-Isotopenverhältnisse analysiert.

8.1. Schwellenwerte für $\delta^{13}C$ und $\delta^{18}O$ für L(+)-Weinsäure aus Trauben Die angegebenen Schwellenwerte beruhen auf den Versuchsdaten von Perini et al. 2025.

Der Schwellenwert für δ^{13}C (Mindestwert des Datensatzes) einer L(+)-Weinsäure aus Trauben beträgt mindestens -24,6 ‰.

Der Schwellenwert für δ^{18}C (Mindestwert des Datensatzes) einer L(+)-Weinsäure aus Trauben beträgt mindestens +27,8 ‰.

8.2. Anleitung zur Auswertung der Isotopendaten

Proben, die einen $\delta^{13}C$- und $\delta^{18}O$-Isotopenwert aufweisen, der unter dem Schwellenwert von 95 % für L(+)-Weinsäure aus Trauben gemäß der Definition in Ziffer 8.1. abzüglich der als 2*RSDR (siehe Ziffer 7.4) berechneten Messunsicherheit liegt, sind als nicht weinbaulichen Ursprungs zu betrachten.

9. LITERATUR

1. International Oenological Codex and International Code of Oenological Practices – abrufbar unter der Adresse http://www.oiv.int/. Monography for tartaric acid COEI-1-DLTART: 2013. E-COEI-1-DLTART

2. Verordnung (EU) Nr. 1622/2000 der Kommission, Amtsblatt der Europäischen Kommission L194/1

3. Verordnung (EU) Nr. 1308/2013 der Kommission, Amtsblatt der Europäischen

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

Kommission L346/671

4. Verordnung (EU) Nr. 2019/934 der Kommission, Amtsblatt der Europäischen Kommission L149/1
5. Moreno Rojas JM, Cosofret S, Reniero F, Guillou C, Serra F. Control of oenological products: discrimination between different botanical sources of L-tartaric acid by isotope ratio mass spectrometry. *Rapid Commun Mass Spectrom*. 2007;21(15):2447-2450
6. Serra F, Reniero F, Guillou CG, Moreno JM, Marinas JM, Vanhaecke F. 13C and 18O isotopic analysis to determine the origin of L-tartaric acid. *Rapid Commun Mass Spectrom*. 2005;19(10):1227-1230
7. Leirose GD, Grenier-Loustalot MF, and Heeren de Oliveira A. Investigation of Geographical Origin and Production Method of L(+)-Tartaric Acid by Isotopic Analyses with Chemometrics. J. Chem. Chem. Eng. 2017:11: 45-50
8. Perini M, Pianezze S, Pienti L, Randi G, Larcher R. L(+)-tartaric acid of grape origin: definition of threshold limits for the $^{13}C/^{12}C$ and $^{18}O/^{16}O$ stable isotope ratios and validation of the isotopic method through an interlaboratory study, *Talanta* 2025:1 doi.org/10.1016/j.talanta.2025.128071

ANHANG I.1

In Tabelle 1 sind die Ergebnisse für $\delta^{18}O$ der verschiedenen Laboratorien unter Angabe des Z-Scores aufgeführt.

Lab	Probe 1	Probe 7	Z-Score	Probe 5	Probe 9	Z-Score	Probe 2	Probe 6	Z-Score
1	14,65	14,72	1,58	17,31	17,26	1,51	29,32	29,33	1,24
2	14,08	14,26	0,96	16,93	17,01	1,06	29,15	29,30	1,11
3	13,95	13,81	0,61	16,78	16,58	0,64	28,91	29,21	0,88
4	13,03	13,00	-0,44	16,23	15,89	-0,26	28,06	27,51	-0,84
5	13,39	13,45	0,05	15,97	15,93	-0,41	28,03	28,04	-0,50

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

6	12,91	13,02	-0,50	15,76	15,70	-0,73	28,53	28,54	0,17
7	12,20	12,56	-1,20	15,08	15,38	-1,45	27,56	28,01	-0,84
8	12,13	12,89	-1,05	16,14	15,84	-0,36	27,61	27,39	-1,22
Mittelwert		13,38			16,24			28,41	

Lab	Probe 3	Probe 10	Z-Score	Probe 4	Probe 8	Z-Score
1	39,29	39,10	1,07	47,77	47,79	0,59
2	39,08	39,12	0,96	47,99	48,05	0,81
3	38,90	39,20	0,90	48,27	48,32	1,07
4	37,36	37,39	-1,10	45,88	45,25	-1,46
5	37,31	37,35	-1,16	45,75	45,85	-1,24
6	38,73	38,89	0,61	48,01	47,86	0,73
7	37,91	38,21	-0,28	47,20	47,41	0,15
8	37,41	37,50	-1,01	46,84	46,06	-0,64
Mittelwert		38,30			47,14	

In Tabelle 2 sind die Ergebnisse für $\delta^{13}C$ der verschiedenen Laboratorien unter Angabe des Z-Scores aufgeführt.

Lab	Probe 1	Probe 7	Z-Score	Probe 5	Probe 9	Z-Score	Probe 2	Probe 6	Z-Score
1	-26,43	-26,37	0,76	-30,11	-30,12	0,77	-23,07	-23,06	0,82
2	-26,45	-26,43	0,42	-30,11	-30,17	0,57	-23,12	-23,18	-0,14

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025

3	-26,39	-26,36	0,97	-30,13	-30,08	0,85	-23,03	-23,07	0,99
4	-26,34	-26,72	-0,36	-30,09	-30,07	1,06	-23,06	-23,12	0,54
5	-26,53	-26,48	-0,14	-30,29	-30,36	-0,93	-23,11	-23,11	0,31
6	-26,70	-26,71	-1,86	-30,47	-30,45	-2,02	-23,35	-23,34	-2,34
7	-26,48	-26,50	-0,01	-30,23	-30,21	-0,08	-23,17	-23,17	-0,36
8	-26,51	-26,48	-0,06	-30,26	-30,23	-0,28	-23,13	-23,14	0,03
9	-26,42	-26,49	0,29	-30,19	-30,22	0,04	-23,11	-23,14	0,14
Mittelwert		-26,50			-30,22			-23,15	

Lab	Probe 3	Probe 10	Z-Score	Probe 4	Probe 8	Z-Score
1	-24,77	-24,77	0,51	-22,61	-22,61	1,06
2	-24,91	-24,80	-0,48	-22,76	-22,74	-0,44
3	-24,74	-24,72	0,97	-22,64	-22,61	0,90
4	-24,77	-24,72	0,80	-22,71	-22,72	-0,07
5	-24,80	-24,81	0,10	-22,70	-22,69	0,15
6	-25,02	-24,99	-2,22	-22,95	-22,90	-2,31
7	-24,77	-24,78	0,45	-22,68	-22,66	0,41
8	-24,80	-24,81	0,10	-22,67	-22,69	0,31
9	-24,79	-24,88	-0,24	-22,67	-22,75	-0,01
Mittelwert		-24,82			-22,72	

Beglaubigte Ausführung Chișinău, 20. Juni 2025
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
John BARKER

© OIV 2025